

Hochtemperatur-Experimente und Modellierung von Verformung und Lebensdauer eines ferritischen nichtrostenden Blechwerkstoffes

Vom Fachbereich Maschinenbau

an der Technischen Universität Darmstadt

zur

Erlangung des Grades eines Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)

genehmigte

D i s s e r t a t i o n

vorgelegt von

Dipl.-Ing. Alexander Manuel Cueva Hristov

aus Quito / Ecuador

Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. Matthias Oechsner

Mitberichterstatter: Prof. Dr.-Ing. Tilmann Beck

Tag der Einreichung: 26.01.2016

Tag der mündlichen Prüfung: 12.04.2016

Darmstadt 2017

D17

Vorwort und Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffkunde der Technischen Universität Darmstadt.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Matthias Oechsner möchte ich für die Möglichkeit der Durchführung dieser Forschungsarbeit und seine wohlwollende Förderung herzlich danken.

Großer Dank gilt auch Herrn Prof. Dr.-Ing. Tilmann Beck, Leiter des Lehrstuhls für Werkstoffkunde der Technischen Universität Kaiserslautern, für sein Interesse an dieser Arbeit und die Übernahme der Mitberichterstattung.

Mein ganz besonderer Dank gilt Herrn Dr.-Ing. Alfred Scholz, Leiter des Kompetenzbereichs Hochtemperaturwerkstoffe des Instituts für Werkstoffkunde, für die wertvollen Anregungen und seine erfahrene Unterstützung, die wesentlich zum Gelingen dieser Forschungsarbeit beigetragen haben.

Ausdrücklich bedanke ich mich bei Herrn Dr.-Ing. Falk Müller für seine tatkräftige Unterstützung und die konstruktiven Gespräche, die maßgeblich zum erfolgreichen Abschluss dieser Arbeit beigetragen haben.

Von Herzen danken möchte ich meinen Kollegen und ehemaligen Kollegen, insbesondere Herrn Dr.-Ing. Luis Serrano, Herrn Dr.-Ing. Stefan Michelfeit und Herrn Dr.-Ing. Martin Frommherz, für die hervorragende Zusammenarbeit und die gegenseitige Unterstützung.

Dem Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie (BMWi), der Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen (AiF) und der Forschungsvereinigung Verbrennungskraftmaschinen (FVV) danke ich für die finanzielle Förderung. Weiterhin danke ich dem Obmann, Herrn Dr.-Ing. Friedrich Ohmenhäuser sowie den Mitgliedern des projektbegleitenden Arbeitskreises für die wertvollen Hinweise aus der Praxis. Der Firma Outokumpu Nirosta sei für die Bereitstellung des Versuchswerkstoffs gedankt. Mein ganz besonderer Dank gilt auch Herrn Dipl.-Ing. Philipp von Hartrott vom Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik in Freiburg für die vielen interessanten Diskussionen und kompetenten Anregungen.

Den größten Dank spreche ich meinen Eltern und meinem Bruder aus, die mir zu jeder Zeit die bestmögliche Unterstützung geboten haben.

Hiermit versichere ich an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und nur unter Verwendung der angegebenen Hilfen durchgeführt habe.

Darmstadt, Januar 2016

Inhaltsverzeichnis

Formelzeichen und Abkürzungen.....	VII
1 Einleitung und Motivation.....	1
2 Stand des Wissens	4
2.1 Ferritische nichtrostende Stähle.....	4
2.1.1 Zusammensetzung und Struktur.....	4
2.1.2 Wichtige Legierungselemente und ihre Auswirkung	6
2.1.3 Ausscheidungen in ferritischen nichtrostenden Stählen.....	9
2.2 Hochtemperaturwerkstoffverhalten	22
2.2.1 Mechanismen der plastischen Verformung metallischer Werkstoffe	22
2.2.2 Besonderheiten der plastischen Verformung ferritischer Werkstoffe	27
2.2.3 Reckalterung	31
2.3 Materialmodellierung unter thermomechanischer Beanspruchung.....	41
2.3.1 Vereinheitlichte konstitutive Materialmodellierung.....	41
2.3.2 Lebensdaueranalyse.....	47
3 Zielsetzung und Lösungsweg.....	55
4 Experimentelles	58
4.1 Versuchswerkstoff.....	58
4.2 Versuchsprogramm	62
4.3 Versuchstechnik	63
5 Experimentelle Bestimmung des Werkstoffverhaltens.....	73
5.1 Thermophysikalische Eigenschaften	73
5.2 Quasistatisches Kurzzeitverhalten.....	76
5.3 Kriechverhalten.....	83
5.4 Verhalten unter niederzyklischer Ermüdungsbeanspruchung	99
5.4.1 LCF-Versuche an Flachproben	102
5.4.2 LCF-Versuche an Rohrproben	108

5.5	Oxidationsverhalten	116
5.6	Bewertung des Schädigungsverhaltens unter LCF-Beanspruchung.....	120
6	Modellierung	125
6.1	Modellierung des Verformungsverhaltens	127
6.1.1	Inelastische Fließregel	128
6.1.2	Thermisch aktivierbarer Spannungsanteil.....	138
6.1.3	Evolution der athermischen Schleppspannung	140
6.1.4	Erholung der Kaltverfestigung bei Vernachlässigung zeitabhängiger Effekte ..	142
6.1.5	Modellierung der Entfestigung infolge der Laves-Phasen-Ausscheidung.....	147
6.2	Modellierung der Lebensdauer und Validierung	157
6.2.1	Modell nach Neu und Sehitoglu.....	157
6.2.2	Nachrechnung der isothermen Ermüdungsversuche	161
6.2.3	Lebensdauerabschätzung unter TMF-Beanspruchung und Bewertung	164
6.2.4	Modellierung des Einflusses dynamischer Reckalterung	166
7	Schlussfolgerungen und Ausblick.....	171
8	Zusammenfassung	174
	Literaturverzeichnis.....	177
	Anhang A: Tabellen	197
	Anhang B: Berechnung von molekularen Volumina	205

Formelzeichen und Abkürzungen

Zeichen:

A	[s ⁻¹]	Koeffizient in der Kriechschädigungsgleichung, Modell nach Neu und Sehitoglu
A ₅	[%]	Bruchdehnung bei einem Verhältnis von Anfangsmesslänge zu Anfangsdurchmesser von 5
A _c	[s ⁻¹]	Koeffizient im Fließgesetz, Verformungsmodell nach Slavik und Sehitoglu
A _u	[%]	Zeitbruchdehnung
a	[m ² /s]	Temperaturleitfähigkeit
a	[-]	Dehnratensensitivitätskonstante in der Oxidationsschädigungsgleichung, Modell nach Neu und Sehitoglu
a ₀	[m]	Gitterparameter (α-Ferrit)
a _i	[mm]	Risslänge am Ende der Rissinitiierungsphase
a _v	[m ²]	effektiver Querschnitt des Versetzungskernes
a _x	[-]	Aktivität des Teilchens x in einer Reaktionsgleichung
B	[s ^{-0,5}]	Koeffizient in der Oxidationsschädigungsgleichung, Modell nach Neu und Sehitoglu
b	[m]	Betrag des Burgers-Vektors
b	[-]	Ermüdungsfestigkeitsexponent in der Ermüdungsschädigungsgleichung, Modell nach Neu und Sehitoglu
C	[m ⁻³]	Teilchenzahlkonzentration (volumenbez. Teilchenzahl)
C _v	[m ⁻³]	Leerstellenkonzentration (engl. <i>vacancy concentration</i>)
c	[-]	Ermüdungsduktilitätsexponent in der Ermüdungsschädigungsgleichung, Modell nach Neu und Sehitoglu
c _p	[J/(kg·K)]	spezifische Wärmekapazität
d	[mm]	Durchmesser
D ₀	[m ² /s],	Vorfaktor in der Arrhenius-Beziehung für die schichtdi-

	$[\mu\text{m}^2/\text{s}]$	ckenbezogene Oxidationskonstante
D_{eff}	$[\text{m}^2/\text{s}]$	effektiver Diffusionskoeffizient
D_{G}	$[\text{m}^2/\text{s}]$	Koeffizient für reguläre Gitterdiffusion
D_{KG}	$[\text{m}^2/\text{s}]$	Koeffizient für Korngrenzendiffusion
D_{V}	$[\text{m}^2/\text{s}]$	Koeffizient für Versetzungskerndiffusion
D^{creep}	$[-]$	Kriechschädigung je Zyklus, Modell nach Neu und Sehitoglu
D^{fat}	$[-]$	Ermüdungsschädigung je Zyklus, Modell nach Neu und Sehitoglu
D^{ox}	$[-]$	Oxidationsschädigung je Zyklus, Modell nach Neu und Sehitoglu
D^{tot}	$[-]$	Gesamtschädigung je Zyklus, Modell nach Neu und Sehitoglu
e	$[\%]$	technische Dehnung
\dot{e}	$[\%/ \text{min}], [\text{s}^{-1}]$	technische Dehnrage
E	$[\text{MPa}]$	Elastizitätsmodul
E_{t}	$[\text{MPa}]$	Tangentenmodul
F	$[\text{N}]$	Kraft
f_{N}	$[-]$	Teilchenzahlanteil
f_{V}	$[-]$	Volumenanteil
G	$[\text{MPa}]$	Schubmodul
ΔG	$[\text{J/mol}]$	freie Gibbs'sche Enthalpie
ΔG^0	$[\text{J/mol}]$	freie Standardreaktionsenthalpie
ΔG^*	$[\text{J/mol}]$	freie Aktivierungsenthalpie
ΔG_{ges}	$[\text{J/mol}]$	gesamte freie Enthalpie
ΔG_{Def}	$[\text{J/mol}]$	Einsparung freier Enthalpie bei Keimbildung an Gitterdefekten
ΔG_{m}	$[\text{J/mol}]$	freie (<u>m</u> echanische) Gitterverzerrungsenthalpie

ΔG_{ph}	[J/mol]	freie Enthalpie der Phasengrenzfläche zwischen Matrix und Ausscheidung
ΔG_V	[J/mol]	freie Bildungsenthalpie (freie Volumenenthalpie)
Δg_V	[J/m ³]	spezifische freie Volumenenthalpie (auf Einheitsvolumen bezogen)
h_0	[μm]	Oxidschichtdicke
h_{cr}	[μm]	kritische Risslänge, Konstante in der Oxidationsschädigungsgleichung, Modell nach Neu und Sehitoglu
ΔH^0	[J/mol]	Standardreaktionsenthalpie
ΔH_c	[J/mol]	Aktivierungsenergie im Fließgesetz, Verformungsmodell nach Slavik und Sehitoglu
K	[-]	Gleichgewichtskonstante (Massenwirkungsgesetz)
K	[MPa]	Schleppspannung (engl. <i>drag stress</i>), Verformungsmodell nach Slavik und Sehitoglu
K^{th}	[MPa]	thermisch aktivierbarer Schleppspannungsanteil
K^{ath}	[MPa]	athermischer Schleppspannungsanteil
K_0	[MPa]	Anfangswert der Schleppspannung
K_p	[MPa]	von der Ausscheidungsverfestigung abhängiger Schleppspannungsanteil (engl. <i>particle</i>)
K_{sat}	[MPa]	Sättigungswert der Schleppspannung
K_{sol}	[MPa]	von der Mischkristallverfestigung abhängiger Schleppspannungsanteil (engl. <i>solute</i>)
K_δ	[MPa]	von der Versetzungsanordnung bzw. -struktur abhängiger Schleppspannungsanteil
K_ρ	[MPa]	von der Gesamtversetzungsdichte abhängiger Schleppspannungsanteil
K_1	[%·h ⁻¹ ·MPa ⁻ⁿ]	Konstante des Norton'schen Kriechgesetzes
K_2	[%/h], [s ⁻¹]	Konstante des Arrhenius-Gesetzes zur Beschreibung der Temperaturabhängigkeit der minimalen Kriechrate
k_B	[J·K ⁻¹]	Boltzmann-Konstante $k_B = 1,380\,6488\,(13) \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$

k_p	$[(\text{mg}/\text{cm}^2)^2 \text{ h}^{-1}]$	massebezogene parabolische Oxidationskonstante
k'_p	$[\text{m}^2/\text{s}]$	schichtdickebezogene parabolische Oxidationskonstante
K_p^{eff}	$[\text{m}^2/\text{s}]$	effektive parabolische Oxidationskonstante, Oxidations-schädigungsgleichung, Modell nach Neu und Sehitoglu
K_{sat}	$[\text{MPa}]$	Sättigungswert der Schleppspannung, Verformungsmodell nach Slavik und Sehitoglu
L_0	$[\text{mm}], [\mu\text{m}]$	Anfangslänge
ΔL	$[\text{mm}], [\mu\text{m}]$	Verschiebung bzw. Verlängerung
m	$[-]$	Spannungsexponent in der Kriechschädigungsgleichung, Modell nach Neu und Sehitoglu
m_{MG}	$[-]$	Exponent in der Monkman-Grant-Beziehung
M	$[-]$	Taylor-Faktor
M_x	$[\text{kg}/\text{mol}]$	molare Masse (auch: Molmasse) des Teilchens x
\bar{M}	$[\text{kg}/\text{mol}]$	mittlere Molmasse
N	$[\text{LW}]$	Zyklenzahl
N_0	$[1/\text{m}^3]$	volumenbezogene Anzahl von Keimbildungsorten (heterogene Ausscheidung an Versetzungen)
N_A	$[\text{mol}^{-1}]$	Avogadro-Konstante, $N_A = 6,022\,141\,29\,(27) \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
N_f	$[\text{LW}]$	Gesamtlebensdauer bis zum Versagen (engl. <i>failure life</i>)
N_i	$[\text{LW}]$	Rissinitiierungs- bzw. Anrisslebensdauer (engl. <i>initiation life</i>) bei einem definierten Lastabfall von 5 %
$N_{i\,x}$	$[\text{LW}]$	Anrisslebensdauer für einen bestimmten Lastabfallkriterium x z.B. für 10 % $N_{i\,10}$
$N_{i/2}$	$[\text{LW}]$	halbe Anrisswechselzahl für einen Lastabfall von 5%
N_i^{creep}	$[\text{LW}]$	Anrisswechselzahl infolge Kriechschädigung, Modell nach Neu und Sehitoglu
N_i^{fat}	$[\text{LW}]$	Anrisswechselzahl infolge Ermüdungsschädigung, Modell nach Neu und Sehitoglu
N_i^{ox}	$[\text{LW}]$	Anrisswechselzahl infolge Oxidationsschädigung, Mo-

		dell nach Neu und Sehitoglu
N_p	[LW]	Rissfortschrittslebensdauer (engl. <i>propagation life</i>)
N_p	[1/m ³]	volumenbezogene Teilchenzahl (engl. <i>particle</i>)
n'	[-]	Verfestigungsexponent nach Ramberg-Osgood
n	[-]	Spannungsexponent des Norton'schen Kriechgesetzes
p, q	[-]	Spannungsexponenten, Beziehung zur Beschreibung der Spannungsabhängigkeit von ΔG (Theorie thermisch aktivierter Versetzungsbewegung)
Q_c	[J/mol]	Aktivierungsenergie für Kriechen (engl. <i>creep</i>)
Q_d	[J/mol]	charakteristische Aktivierungsenergie, Verschwinden des dyn. Reckalterungseffektes (engl. <i>disappearance</i>)
Q_{on}	[J/mol]	charakteristische Aktivierungsenergie, Einsetzen des dynamischen Reckalterungseffektes (engl. <i>onset</i>)
Q_{ox}	[J/mol]	Aktivierungsenergie für Oxidation
Q_p	[J/mol]	charakteristische Aktivierungsenergie, maximale Festigkeitssteigerung infolge dyn. Reckalterung (engl. <i>peak</i>)
r	[mm]	Radius
r_0	[m]	Kapillaritätsradius
r_p	[m]	Teilchenradius (engl. <i>particle</i>)
r_p^*	[m]	kritischer Keimradius
R	[J/(mol·K)]	universelle Gaskonstante, $R=8,314\ 4621(75)\text{ J/(mol·K)}$
R	[MPa]	technische Spannung
R_m	[MPa]	Zugfestigkeit
$R_{p\ x}$	[MPa]	Dehngrenze für eine plastische Gesamtdehnung x [%], z. B. 0,2 %-Dehngrenze $R_{p0,2}$
R_u	[MPa]	Zeitstandfestigkeit
R_σ	[-]	Spannungsverhältnis
R_ϵ	[-]	Dehnungsverhältnis
S_{ij}	[MPa]	deviatorischer Spannungstensor

S_{ij}^C	[MPa]	deviatorischer Rückspannungstensor
ΔS^0	[J/(mol·K)]	Standardreaktionsentropie
T	[K]	absolute Temperatur
T_C	[K]	absolute Curie-Temperatur
T_{\max}	[K]	absolute Maximaltemperatur
T_{\min}	[K]	absolute Minimaltemperatur
$T_{\text{äq}}$	[K]	absolute äquivalente Temperatur
T_S	[K]	absolute Schmelztemperatur
$\dot{T}, dT/dt$	[K/s]	Aufheiz- bzw. Abkühlrate
t	[h], [s]	Zeit, Beanspruchungsdauer
t_a	[s]	Alterungszeit
t_c	[s]	Zyklusdauer
\bar{t}_c	[s], [h]	akkumulierte Zykluszeit
t_{ox}	[h]	Oxidationszeit
t_u	[h]	Bruchzeit
Δt_{AZ}	[h]	Aufheizdauer
Δt_{DW}	[h]	Durchwärmdauer
U	[V]	Potenzialsignal
\bar{v}	[m/s]	mittlere Geschwindigkeit von Gleitversetzungen
v_D	[m/s]	Diffusionsgeschwindigkeit
v_{at}	[m ³]	molekulares Volumen (auch: Atomvolumen)
V_{cell}	[m ³]	Volumen der Elementarzelle
V_m	[m ³ /mol]	molares Volumen (auch: Molvolumen)
W^*	[MJ/m ³], [MPa]	spezifische Formänderungsenergie einer Spannungs- Dehnungs-Hystereseschleife
x_x	[-], [mol/mol]	Stoffmengenanteil des Teilchens x
Z	[-]	Zeldovich-Faktor

Z	[%]	Brucheinschnürung
Z_u	[%]	Zeitbrucheinschnürung
α_1, α_2	[-]	Skalierungsfaktoren zur Modellierung von Kriechschädigungsasymmetrie, Modell nach Neu und Sehitoglu
$\bar{\alpha}$	[MPa]	Vergleichswert der deviatorischen Rückspannung
$\bar{\alpha}_1$	[K ⁻¹]	(mittlerer) thermischer Längenausdehnungskoeffizient
β	[-]	Zeitexponent in der Oxidwachstumsgleichung, Modell nach Neu und Sehitoglu
β_e	[MPa]	natürliche semilog. Dehnratenempfindlichkeit
β'	[m ² /s]	Stoßrate keimbildender Atome
$\gamma, \gamma^{\text{in}}$	[%]	inelastische bzw. plastische Scherdehnung
$\dot{\gamma}, \dot{\gamma}^{\text{in}}$	[s ⁻¹]	inelastische bzw. plastische Scherrate
γ_{Ph}	[J/m ²]	spezifische freie Phasengrenzflächenenthalpie (auf Einheitsfläche bezogen)
δ_0	[m/s ^{0,75}]	Maß für Oxidduktilität, Konstante in der Oxidationsgleichung, Modell nach Neu und Sehitoglu
$\varepsilon, \varepsilon_{\text{ges}}$	[%]	Gesamtdehnung
$\varepsilon_a, \Delta\varepsilon/2$	[%]	Dehnungsamplitude
ε^e	[%]	elastische Dehnung
ε'_f	[-]	Ermüdungsduktilitätskoeffizient in der Gleichung für Ermüdungsschädigung, Modell nach Neu und Sehitoglu
$\varepsilon_{\text{mech}}$	[%]	mechanische Dehnung
$\varepsilon^{\text{in}}, \varepsilon^{\text{p}}$	[%]	inelastische bzw. plastische Dehnung
$\varepsilon_{\text{off}}^{\text{in}}$	[%]	inelastischer Dehnungsoffset zur Bestimmung der zyklischen Ersatzfließgrenze
$\bar{\varepsilon}^{\text{in}}$	[%]	akkumulierte inelastische Dehnung
ε_{th}	[%]	thermische Dehnung
$\Delta\varepsilon, \Delta\varepsilon_{\text{mech}}$	[%]	mechanische Dehnschwingbreite
ε_f	[%]	Kriechdehnung

$\dot{\epsilon}_f$	[%/h], [s ⁻¹]	Kriechrate
$\dot{\epsilon}_{f,\min}$	[%/h], [s ⁻¹]	minimale Kriechrate
$\dot{\epsilon}^{\text{in}}, \dot{\epsilon}^{\text{p}}$	[s ⁻¹]	inelastische bzw. plastische Dehnrate
$\dot{\epsilon}_{\text{mech}}$	[s ⁻¹]	mechanische Dehnrate
$\dot{\epsilon}_{\text{mech}}^{\text{eff}}$	[s ⁻¹]	effektive mechanische Dehnrate
$\dot{\epsilon}_{\text{th}}$	[s ⁻¹]	thermische Dehnrate
ϑ	[°C]	Temperatur in °C
λ	[W/(m·K)]	Wärmeleitfähigkeit
λ_p	[m]	mittlerer Teilchenabstand (engl. <i>particle</i>)
ν	[-]	Querkontraktionszahl
ξ^{creep}	[-]	Formfaktor für die Kriechschädigungsphasenfunktion, Modell nach Neu und Sehitoglu
ξ^{ox}	[-]	Formfaktor für die Oxidationsschädigungsphasenfunktion, Modell nach Neu und Sehitoglu
ρ	[kg/m ³]	Dichte
ρ_0	[kg/m ³]	Dichte bei Raumtemperatur
ρ	[m/m ³]	(Gesamt-)Versetzungsdichte
ρ_m	[m/m ³]	Dichte <u>m</u> obiler Versetzungen
σ	[MPa]	(Normal-)Spannung
$\Delta\sigma$	[MPa]	Spannungsschwingbreite
$\Delta\sigma^{\text{SSA}}$	[MPa]	Spannungsänderung infolge statischer Reckalterung
$\sigma_a, \Delta\sigma/2$	[MPa]	Spannungsamplitude
σ_H	[MPa]	hydrostatische Spannung
$\bar{\sigma}$	[MPa]	Vergleichswert der Überspannung
σ'_f	[MPa]	Ermüdungsfestigkeitskoeffizient in der Gleichung für Ermüdungsschädigung, Modell nach Neu und Sehitoglu
σ_{\max}	[MPa]	Maximalspannung
σ_{\min}	[MPa]	Minimalspannung

σ_m	[MPa]	Mittelspannung
σ_y	[MPa]	Fließgrenze
σ_{cy}	[MPa]	zyklische Fließgrenze
$\bar{\sigma}_{cy}$	[MPa]	mittlere zyklische Ersatzfließgrenze
τ	[MPa]	Schubspannung
Φ^{creep}	[-]	Phasenfaktor in der Kriechschädigungsgleichung, Modell nach Neu und Sehitoglu
Φ^{ox}	[-]	Phasenfaktor in der Oxidationsschädigungsgleichung, Modell nach Neu und Sehitoglu
ϕ^{creep}	[-]	Phasenfunktion in der Kriechschädigungsgleichung, Modell nach Neu und Sehitoglu
ϕ^{ox}	[-]	Phasenfunktion in der Oxidationsschädigungsgleichung, Modell nach Neu und Sehitoglu
Ω	[nm ³]	Atomvolumen

Indizes

0	Anfangswert
*	berechneter Wert
creep	Kriechanteil
eff	effektiver Wert
eq	Gleichgewichtswert (engl. <i>equilibrium</i>)
fat	Ermüdungsanteil
ges	Gesamtanteil
max	Maximalwert
mech	mechanischer Anteil
min	Minimalwert
ox	Oxidationsanteil
sat	Sättigungswert
th	thermischer Anteil

äq äquivalent

Abkürzungen

BSE	Rückstreuungselektronen (engl. <i>Back-Scattered Electrons</i>)
DBTT	Spröde-duktil-Übergangstemperatur (engl. <i>Ductile-Brittle Transition Temperature</i>)
DSA	dynamische Reckalterung (engl. <i>Dynamic Strain Ageing</i>)
EDX	energie-dispersive Röntgenanalytik (engl. <i>Energy Dispersive X-Ray</i>)
ESZ	ebener Spannungszustand
FES	Funken-Emissions-Spektroskopie
HB	Brinellhärte
HV	Vickershärte
IP	In-Phase
KV	Kriechversuch
LCF	niederzyklische Ermüdung (engl. <i>Low-Cycle-Fatigue</i>)
LSW	Lifshitz-Slyozov-Wagner-Theorie
LW	Lastwechsel
OP	Out-of-Phase
PLC	Portevin-Le Châtelier-Effekt
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RT	Raumtemperatur
SENT	Einseitig gekerbte Rissversuchsprobe (engl. <i>Single Edge Notch Tension</i>)
SSA	statische Reckalterung (engl. <i>Static Strain Ageing</i>)
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
TMF	thermomechanische Ermüdung (engl. <i>Thermo-Mechanical-Fatigue</i>)
WZV	Warmzugversuch
ZTA	Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm

1 Einleitung und Motivation

Moderne ferritische nichtrostende Blechwerkstoffe erlauben die Gestaltung von leichten und wirtschaftlichen Hochtemperaturkomponenten. In der Automobilindustrie ist der Einsatz ferritischer Blechwerkstoffe insbesondere in den thermisch höher beanspruchten Teilen von Abgasanlagen in den vergangenen Jahrzehnten gestiegen. Aktuelle Emissionsstandards führen Automobilhersteller zur Betrachtung höherer Abgastemperaturen, um die Effizienz des thermodynamischen Prozesses zu steigern bei gleichzeitig strengeren Anforderungen bezüglich der Bauteillebensdauer und des Leichtbaus [1, 2, 3]. Dies hat zur Entwicklung und Qualifizierung neuartiger ferritischer Blechwerkstoffe mit guten Korrosionseigenschaften, hohe Beständigkeit gegen thermische Ermüdung und hinreichender Duktilität und Festigkeit bei hoher Temperatur geführt [4, 5].

Im Vergleich zum in der Vergangenheit eingesetzten Gusseisen erlauben Blechwerkstoffe eine deutliche Gewichtseinsparung, was sich vorteilhaft auf dem Kraftstoffverbrauch auswirkt. Zudem stellt die Herstellung dünnwandiger Abgaskomponenten eine Möglichkeit dar, die Temperatur des Abgases zu erhöhen und somit die Effizienz des Katalysators zu steigern. Dies hängt mit der Reduzierung der Wandstärken und der damit verbundenen Senkung der Wärmekapazität der Bauteile zusammen [6, 7]. Als Blechwerkstoff für Abgaskomponenten kommen sowohl ferritische als auch austenitische Güten zum Einsatz. Ferritische Werkstoffe weisen gegenüber austenitischen Werkstoffen vorteilhafte thermophysikalische Eigenschaften auf. Aufgrund des geringeren Wärmeausdehnungskoeffizienten besitzen ferritische Stähle eine erhöhte Beständigkeit gegen thermomechanische Ermüdung. Diese steht in Zusammenhang mit der Behinderung der thermischen Ausdehnung bei der Temperaturwechselbelastung, die sich bei Anfahr- und Abstellvorgängen sowie während des Fahrens bei alternierenden Beschleunigungs- und Haltephasen ergibt. Ferner kommt die niedrigere thermische Ausdehnung der Oxidationsbeständigkeit zugute, weil dadurch die Gefahr der Oxidschichtabplatzungen zurückgeht [8, 9]. Ein weiterer Vorteil von ferritischen Blechwerkstoffen gegenüber austenitischen Blechwerkstoffen stellen die geringeren Legierungskosten aufgrund des fehlenden bzw. deutlich niedrigeren Nickel-Anteils [2, 10].

Die Auslegung von Hochtemperaturbauteilen aus ferritischen rostfreien Blechwerkstoffen bezüglich der Festigkeit ist jedoch schwierig. Mehrere kostenintensive Prüfstandsläufe (**Bild 1.1**) sind in der Regel bis zum erfolgreichen Design notwendig. Daher besteht der Wunsch, die lokalen Beanspruchungen und daraus resultierenden Schädigungen frühzeitig rechnerisch erfassen und bewerten zu können. Geeignete Simulationskonzepte hierzu sind nur eingeschränkt verfügbar. Die im Bereich der Metallplastizität vorhandenen Modelle berücksichtigen

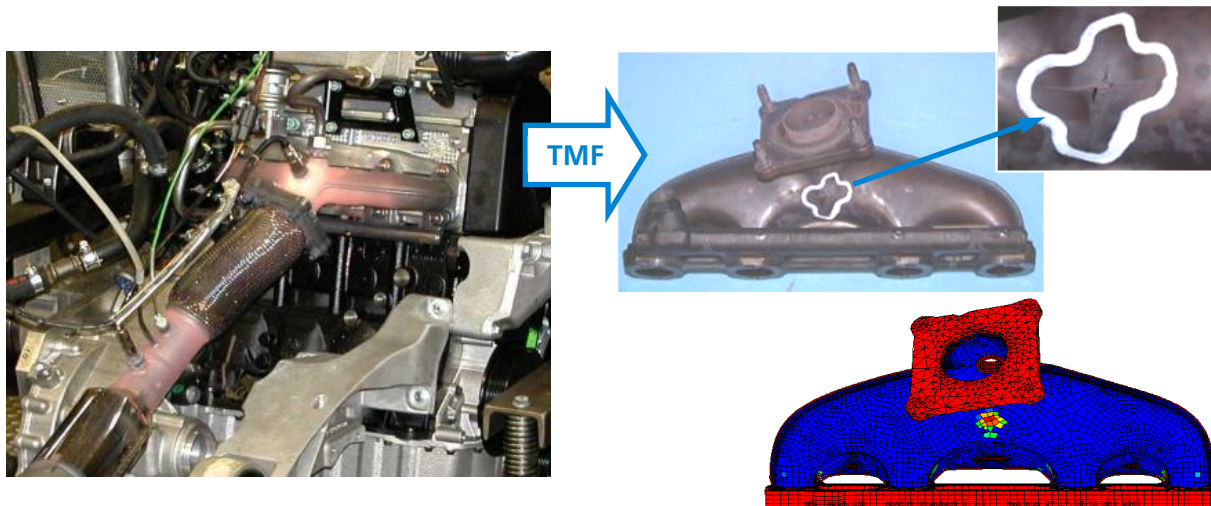


Bild 1.1: Bauteilversuch, Prüfung einer Abgasanlage und typisches Schadensbild

die speziellen Anforderungen bei thermomechanischer Ermüdung mit sehr hohen Temperaturen nur unzureichend. Ähnlich stellt sich die Situation für entsprechende Schädigungs- bzw. Lebensdauermodelle dar. Die experimentelle Datenbasis, die für die Anpassung angemessener Modelle notwendig wäre, ist oftmals nicht vorhanden.

In Anwendungsszenarien für Hochtemperaturkomponenten ergeben sich mechanische Beanspruchungen infolge behinderter thermischer Dehnung sowie chemische Reaktionen auf der Oberfläche und im Inneren des Werkstoffs. Die mechanische Beanspruchung in Verbindung mit der hohen Temperatur führt in den Bauteilen in der Regel zu zeitabhängiger bleibender Verformung infolge Kriechen bei kraftkontrollierter Beanspruchung oder Spannungsrelaxation bei verschiebungskontrollierter Beanspruchung. Die von den Temperaturzyklen getriebene mechanische Beanspruchung geht typischerweise weit über die Fließgrenze und führt zunächst zur Bildung, dann zum Wachstum von Mikrorissen. Die hohen Temperaturen führen unvermeidbar zur Aktivierung von Diffusionsvorgängen, die mit nicht zu vernachlässigbaren Geschwindigkeiten ablaufen. Hierzu zählen einerseits Oxidationsvorgänge, welche die effektiven Wanddicken verringern und das Mikrorisswachstum maßgeblich beeinflussen können. Andererseits können diffusionsgesteuerte Vorgänge eine Gefügeveränderung – wie beispielsweise eine Kornvergrößerung, die Ausscheidung von intermetallischen Phasen oder eine Änderung der Versetzungsdichte und -anordnung – während des Hochtemperatureinsatzes bewirken. Damit gehen Veränderungen des Verformungs- und des Schädigungsverhaltens einher. Um diese Vielzahl von Einflussfaktoren und deren Auswirkung auf die Lebensdauer unter thermischer und mechanischer Beanspruchung angemessen erfassen und beschreiben zu können, wurde ein Versuchsprogramm abgeleitet, welches für die Lebensdauermodellierung unter thermomechanischer Ermüdung (engl. *Thermo-Mechanical-Fatigue*, TMF) notwendig ist

und wissenschaftliche Erkenntnisse zu den Verformungs- und Schädigungsmechanismen ermöglicht.

Die experimentelle Charakterisierung in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften und das Schädigungsverhalten bei hoher Temperatur erfolgte im Rahmen dieser Arbeit am Beispiel des weit verbreiteten ferritischen nichtrostenden Blechwerkstoffes 1.4509 (X2CrTiNb18). Auf diesen Ergebnissen aufbauend wurden Modelle für Verformung und Lebensdauer weiterentwickelt, angepasst und validiert.

2 Stand des Wissens

2.1 Ferritische nichtrostende Stähle

Nach der europäischen Norm EN 10088 sind nichtrostende Stähle Eisenlegierungen, die einen Chromgehalt von mindestens 10,5 wt.-% aufweisen. Die Haupteigenschaft dieser Art von Stählen ist die ausgezeichnete Beständigkeit gegen Korrosion durch heiße Gase und Verbrennungsprodukte sowie Salz- und Metallschmelzen. Die Beständigkeit beruht auf der Bildung einer dünnen passiven Schicht auf der Oberfläche, die als Barriere zwischen dem Material und der Umgebung wirkt. Diese Schutzschicht besteht vorwiegend aus Chromoxid des Typs Cr_2O_3 bzw. Chromhydroxid des Typs $\text{Cr}(\text{OH})_3$ und ist bei hohen Temperaturen sehr stabil.

Ausgehend von der kristallographischen Struktur ihrer Matrix lassen sich nichtrostende Stähle in martensitische, austenitische und ferritische Stähle einteilen. Ferner werden austenitisch-ferritische nichtrostende Stähle (auch Duplex-Stähle genannt) unterschieden, die ein zweiphasiges Gefüge bestehend aus einer Ferrit-Matrix mit Inseln aus Austenit aufweisen. Welches dieser vier Gefüge ein nichtrostender Stahl bei Raumtemperatur besitzt, ist von der Wirkung seiner Legierungselemente bestimmt. Im Folgenden wird daher zunächst auf die typische Zusammensetzung von modernen ferritischen nichtrostenden Stählen und auf die Auswirkung der verschiedenen Legierungselemente auf die physikalischen und mechanischen Eigenschaften eingegangen.

2.1.1 Zusammensetzung und Struktur

Wie oben beschrieben sind ferritische nichtrostende Stähle im Grunde Eisen-Chrom-Legierungen mit Chrom-Gehalte im Bereich von 10,5 bis 30 wt % [11]. Sie besitzen bei Raumtemperatur ein kubisch-raumzentriertes Gitter.

Das Gleichgewichts-Phasendiagramm für das Fe-Cr-Zweiphasensystem zeigt **Bild 2.1**. Es existiert ein geschlossenes Feld γ , dessen untere und obere Grenze jeweils bei 11,2 und 13,4 wt % liegt. Demnach erfolgt durch Erhöhung des Cr-Gehalts eine Stabilisierung des α -Ferrits und es sind Cr-Gehalte von etwa 14 wt % ausreichend, um die ferritische Struktur der binären Fe-Cr-Legierung von Schmelz- bis Raumtemperatur aufrechtzuerhalten [12, 13]. Dennoch führt der Zusatz von Kohlenstoff in Fe-Cr-Legierungen zu einer Aufweitung des Cr-Gehalt-Bereichs, in dem eine austenitische Struktur bei hohen Temperaturen entstehen kann (γ -Feld). Neben Kohlenstoff führen weitere austenitisierende Elemente wie Nickel, Kupfer, Stickstoff und Mangan zu einer Ausweitung des Definitionsbereichs γ . Elemente wie Aluminium, Vanadium, Silizium, Molybdän, Titan und Wolfram stellen dagegen ferritisierende Elemente dar, die – ähnlich wie Chrom – eine Verengung des Definitionsbereichs der Phase γ bewirken [14, 15].

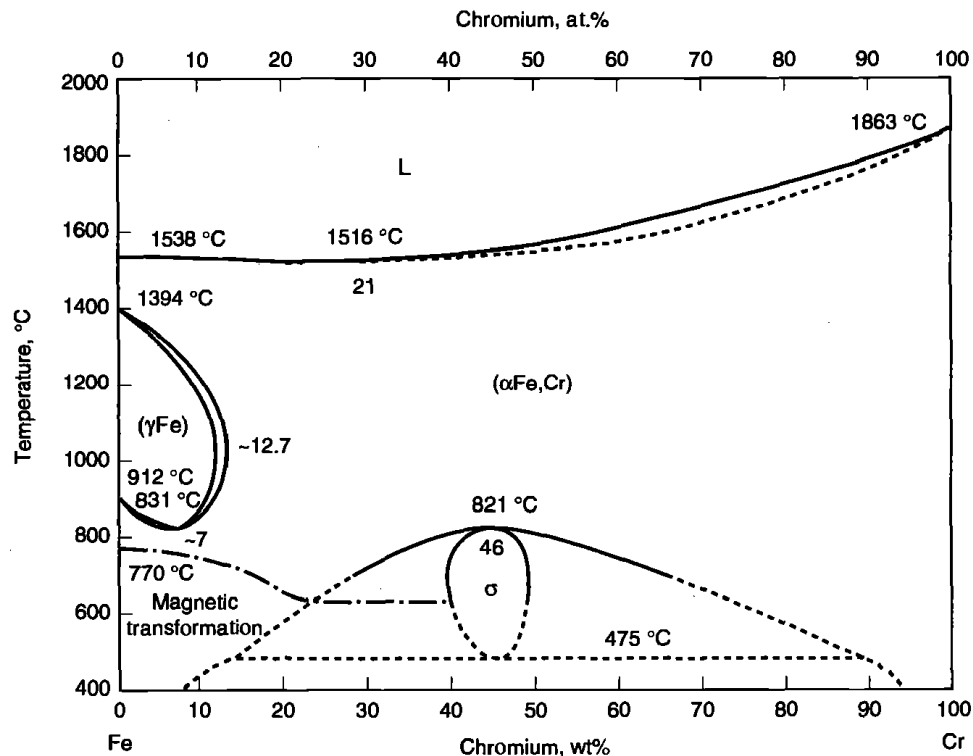


Bild 2.1: Gleichgewichts-Phasendiagramm für das System Eisen-Chrom [13]

Die chemische Zusammensetzung mit den wichtigsten Legierungselementen ausgewählter ferritischer rostfreier Stähle sind in **Tabelle 2.1** aufgeführt. Es lassen sich im Grunde drei Generationen von ferritischen nichtrostenden Stählen unterscheiden. Werkstoffe der ersten Generation, deren Entwicklung auf den Anfang des zwanzigsten Jahrhunderts zurückgeht, verfügen über relativ hohe Kohlenstoff-Gehalte, weil der Prozess der Entkohlung von Eisen-Chrom-Legierungen damals noch vergleichsweise ineffizient war. In Stählen der zweiten Generation werden sogenannte Stabilisierungselemente wie Titan oder Aluminium legiert, welche die freien Kohlenstoff- und Stickstoffatome unter der Bildung von Karbiden bzw. Nitriden anbinden. Die Entwicklung von ferritischen nichtrostenden Stählen der dritten Generation geht auf die Einführung von effizienteren Entkohlungsmethoden im Stahlherstellungsprozess (siehe Abschnitt 2.1.2.2) in den siebziger Jahren zurück. Kohlenstoff- und Stickstoffgehalte liegen typischerweise im Bereich von 0,02 wt. %. Das Zulegieren von Karbid- und Nitridbildenden Elementen wie Titan und/oder Niob trägt zur weiteren Reduzierung des Anteils freier interstitieller Elemente bei. Stähle der dritten Generation werden oft als „Superferrite“ bezeichnet. Der in dieser Arbeit zu untersuchende Werkstoff 1.4509, welcher mit Niob und Titan stabilisiert ist, kann der letztgenannten Gruppe der superferritischen nichtrostenden Stähle zugeordnet werden.

Tabelle 2.1: Chemische Zusammensetzung einiger ferritischer nichtrostender Stähle

Bezeichnung EN 10088		Zusammensetzung wt. %							
Nummer	Name	C max.	Si	Mn max.	P max.	S	N max.	Cr	Andere
1.4512	X2CrTi12	0,03	max. 1,00	1,00	0,04	max. 0,015	---	10,5 bis 12,5	Ti: $6 \times (C+N)$ bis 0,65
1.4016	X6Cr17	0,08	max. 1,00	1,00	0,04	max. 0,015	---	16,0 bis 18,0	---
1.4105	X6CrMoS17	0,08	max. 1,50	1,50	0,04	0,15 bis 0,35	---	16,0 bis 18,0	Mo: 0,20 bis 0,60
1.4510	X3CrTi17	0,05	max. 1,00	1,00	0,04	max. 0,015	---	16,0 bis 18,0	Ti: $4 \times (C+N) + 0,15$ bis 0,80
1.4113	X6CrMo17-1	0,08	max. 1,00	1,00	0,04	max. 0,015	---	16,0 bis 18,0	Mo: 0,90 bis 1,40
1.4513	X2CrMoTi17-1	0,025	max. 1,00	1,00	0,04	max. 0,015	0,02	16,0 bis 18,0	Mo: 0,80 bis 1,40
1.4521	X2CrMoTi18-2	0,025	max. 1,00	1,00	0,04	max. 0,015	0,03	17,0 bis 20,0	Mo: 1,80 bis 2,50 Ti: $4 \times (C+N) + 0,15$ bis 0,80
1.4509	X2CrTiNb18	0,03	max. 1,00	1,00	0,04	max. 0,015	---	17,5 bis 18,5	Nb: $3 \times C + 0,30$ Ti: 0,10 bis 0,60
1.4592	X2CrMoTi29-4	0,025	max. 1,00	1,00	0,03	max. 0,010	0,045	28,0 bis 30,0	Mo: 3,50 bis 4,20 Ti: $4 \times (C+N) + 0,15$ bis 0,80

2.1.2 Wichtige Legierungselemente und ihre Auswirkung

Eine Übersicht der wichtigsten Legierungselemente, ihre Auswirkung auf mikrostrukturelle, mechanische und physikalische Eigenschaften sowie ihre typische Gewichtsanteile in ferritischen nichtrostenden Stählen zeigt **Tabelle 2.2**. Im Folgenden wird der Einfluss der Legierungselemente auf die (Hochtemperatur-)Festigkeit, die Gefügestabilität und die Oxidationsbeständigkeit näher beschrieben, wobei der Fokus auf die Klasse der mit Niob und Titan dualstabilisierten Stähle gelegt wird.

2.1.2.1 Festigkeit

Gemäß dem wirkenden festigkeitssteigernden Mechanismus lassen sich Legierungselemente unterscheiden, die einen Beitrag zur Mischkristallverfestigung, Ausscheidungsverfestigung oder zu beiden Mechanismen leisten.

Die Mischkristallverfestigung basiert im Grunde auf der Wechselwirkung von interstitiell oder substitutionell gelösten Fremdatomen mit den Versetzungen. Eine Übersicht der wichtigsten mischkristallverfestigenden Elemente in ferritischen nichtrostenden Stählen zeigt das Dia-

gramm in **Bild 2.2a**. Aufgetragen ist die in [7] experimentell ermittelte Abhängigkeit der 0,2 %-Dehngrenze bei 950 °C vom Legierungselement-Gehalt am Beispiel eines 19 % Cr-Stahls. Demnach stellen Niob, Molybdän, Tantal und Wolfram recht wirksame Mischkristallhärter dar, wobei sich die hochtemperaturfestigkeitssteigernde Wirkung oberhalb eines vom Legierungselement abhängigen Gehalt sättigt. Nach [16, 17] führt auch das Zulegieren von Aluminium zu einer signifikanten Festigkeitssteigerung infolge Mischkristallhärtung. Insbesondere zeigt Niob eine erhebliche Steigerung der Hochtemperaturfestigkeit im Vergleich zu anderen Legierungselementen. Niob ist jedoch ein hoch reaktives Element, welches in der Bildung verschiedener Ausscheidungen wie die $\text{Fe}_3\text{Nb}_3\text{C}$ -Karbide oder die Laves-Phase Fe_2Nb beteiligt ist (Abschnitt 2.1.3). Dadurch kann die Nb-Übersättigung während des Hochtemperatureinsatzes und somit die Mischkristallverfestigung allmählich zurückgehen [18, 19]. Im Unterschied dazu liefern andere Legierungselemente wie Molybdän oder Wolfram eine langzeitstabilere Mischkristallverfestigung, weil die in der Matrix gelösten Anteile dieser Elemente auch nach längeren Auslagerungszeiten erhalten bleiben [20]. Dieses Verhalten ist am Beispiel der 900 °C-Auslagerung von 13 % Cr-Stählen mit zwei verschiedenen Nb- und Mo-Gehalten **Bild 2.2b** veranschaulicht.

Tabelle 2.2: Auswirkung verschiedener Legierungselemente auf die Eigenschaften ferritischer nichtrostender Stähle, teilweise nach [10]

Element	Auswirkung auf Mikrostruktur	Auswirkung auf Eigenschaften		Anteil wt. %
		Positiv	Negativ	
Cr	Ferritbildner, begünstigt die Ausscheidung der α'_{Cr} - und σ -Phase	Erhöhung der Korrosionsbeständigkeit	Reduzierung der Zähigkeit, Erhöhung der DBTT	11 bis 30
Mo	Ferritbildner, begünstigt die Ausscheidung der α'_{Cr} -, σ - und χ -Phase	Erhöhung der Korrosionsbeständigkeit, insbesondere Loch- und Spaltkorrosion, Festigkeitssteigerung	Reduzierung der Zähigkeit, Erhöhung der DBTT	1 bis 5
C+N	Interstitielle Elemente, starke Austenitbildner, fördern Ausscheidungen an Korngrenzen infolge niedriger Löslichkeit in der ferritischen Matrix	Festigkeitssteigerung	Reduzierung der Korrosionsbeständigkeit und Schlagzähigkeit, Erhöhung der DBTT	max. 0,12
Ni	Austenitstabilisator	Verbesserung der mechanischen Eigenschaften, insbesondere Erhöhung der Fließgrenze und Zähigkeit, Reduzierung der DBTT, Verbesserung der Korrosionsbeständigkeit	Reduzierung der Beständigkeit gegen Spannungsrisskorrosion in Chloridhaltigen Umgebungen	max. 4
Ti+Nb	Ferritbildner, stabilisiert Kohlenstoff und Stickstoff durch Bildung von Karbiden und Nitriden, Kornfeinung	Erhöhung der Beständigkeit gegen interkristalline Korrosion durch Verhinderung der Bildung von Chromnitride und -karbide	Reduzierung der Zähigkeit, Erhöhung der DBTT	Ti: $4 \times (\text{C} + \text{N}) + 0,15$ bis 0,80 Nb: $3 \times \text{C} + 0,30$
Cu	Austenitbildner	Verbesserung der Korrosionsbeständigkeit und Kaltumformbarkeit	Steigende Anfälligkeit für Spannungsrisskorrosion	0,2 bis 0,7
Si, Mn, Al	Silizium und Aluminium sind Ferritbildner, Mangan erhöht die Dichte von Oxidschichten	Verbesserung der Hochtemperaturoxidationsbeständigkeit, desoxidative Wirkung, Schwefel-Stabilisator	Erhöhung der DBTT	Si: max. 1 Mn: max. 1,5 Al: max. 0,2

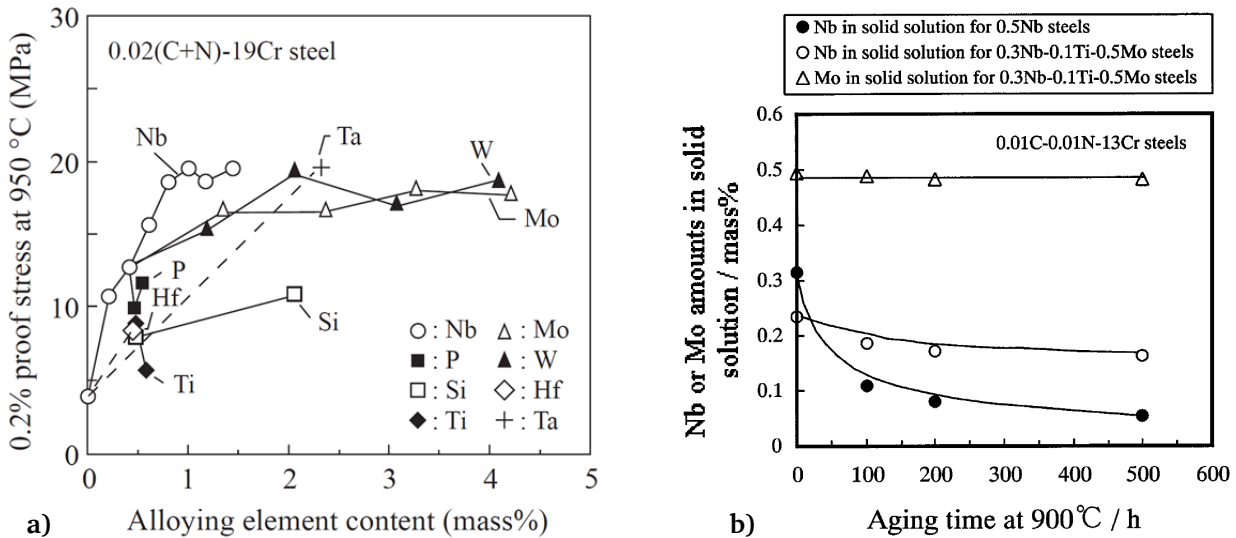


Bild 2.2: Zum Einfluss mischkristallhärtender Legierungselemente auf die Warmfestigkeit von ferritischen nichtrostenden Stählen am Beispiel der 0,2 %-Dehngrenze eines 19 % Cr-Stahls bei 950 °C [7] (a). Zeitabhängige Änderung des gelösten Nb- bzw. Mo-Massenanteils durch Auslagerung bei 900 °C am Beispiel von 13 % Cr-Stählen [19] (b)

2.1.2.2 Gefügestabilität

Ein Nachteil ferritischer nichtrostender Stähle ist die Anfälligkeit für die sogenannte **Sensibilisierung**, welche auf der Ausscheidung von Chromkarbiden und -nitriden an Korngrenzen beruht [21]. Die Entstehung Chrom-verarmter Zonen um diese Ausscheidungen erhöht die Gefahr der interkristallinen Korrosion. Legierungstechnisch kommen hauptsächlich zwei Maßnahmen zur Verringerung der Sensibilisierungsanfälligkeit zum Einsatz: (i) die Reduzierung des gesamten Kohlenstoff- und Stickstoffgehalts mit Hilfe fortschrittlicher Herstellungsverfahren wie Argon-Sauerstoff-Entkohlung (engl. *argon oxygen decarburization*, AOD) sowie Vakuum-Induktionsschmelzen (engl. *vacuum induction melting*, VIM), und (ii) das Zulegieren der Karbid-bildenden Elemente Titan, Niob, Zirkonium und Vanadium, wobei die zwei erstgenannten Elemente einen akzeptablen Kompromiss zwischen Wirksamkeit und Wirtschaftlichkeit liefern und daher als Stabilisierungselemente weit verbreitet eingesetzt werden [12, 22]. Bei einer bereits erfolgten Sensibilisierung ermöglicht eine Wärmebehandlung bei 650 bis 850 °C die Diffusion von Cr in die verarmten Zonen und somit eine Reduzierung der Gefahr interkristalliner Korrosion [23].

Eine weitere Art der Gefügestabilität, die insbesondere die Kurzzeitfestigkeits- und Duktilitätskennwerte beeinträchtigt und somit die obere Einsatztemperatur ferritischer nichtrostender Stähle begrenzt, stellt die **Kornvergrößerung** dar. Eine indirekte Maßnahme zur Reduzierung der Anfälligkeit für Kornvergrößerung stellt die an Korngrenzen ausgeschiedene Laves-Phase, deren Bildung insbesondere durch das Zulegieren von Niob gefördert wird (Abschnitt 2.1.3.1) [16, 20].

2.1.2.3 Oxidationsbeständigkeit

Die Oxidationsbeständigkeit von ferritischen nichtrostenden Stählen ist – wie zuvor erwähnt – im Wesentlichen von dem Chrom-Gehalt abhängig. Für die Bildung einer hoch schützenden einphasigen Cr_2O_3 -Schicht ist ein Chrom-Gehalt von mindestens etwa 17 wt % erforderlich [24]. Darunter bildet sich ein mehrphasiger Film bestehend aus Cr_2O_3 , ein Doppeloxyd vom Typ Fe_2CrO_4 sowie Eisenoxide vom Typ Fe_2O_3 und Fe_3O_4 aus, der eine weniger schützende Wirkung aufweist [25, 26].

Geringe Gehalte an Minorelemente wie Mangan, Silizium, Aluminium und Titan können das Oxidationsverhalten von Fe-Cr-Legierungen maßgeblich beeinflussen. Das Element Mangan, welches eine geringe Löslichkeit in Chromoxid besitzt, bildet eine äußere Spinell-Schicht vom Typ $(\text{Cr,Mn})_3\text{O}_4$, die zu einer Erhöhung der Deckschichtdicke führt. Silizium und Aluminium scheiden sich oft in Form von inneren Oxidationszonen unterhalb der Chromoxidschicht, was mit einer erhöhten Abplatzneigung verbunden ist [27, 28]. In mit Titan und/oder Niob stabilisierten ferritischen 18 % Cr-Stählen führt Titan zu einer Erhöhung und Niob zu einer Reduzierung der Oxidationsrate. Titan verbessert jedoch die Deckschichthaftung, Niob verschlechtert sie [29].

Ferner wirken sich hoch reaktive Elemente wie Hf, Zr, Ce, La und Y positiv auf die Oxidationsbeständigkeit aus, indem sie die Deckschichtwachstumsrate reduzieren und die Deckschichthaftung verbessern [26, 30].

2.1.3 Ausscheidungen in ferritischen nichtrostenden Stählen

Die typischen Ausscheidungstypen in ferritischen nichtrostenden Stählen mit ihrer individuellen Gitterstruktur und Morphologie sind in **Tabelle 2.3** aufgeführt. Eine wichtige Grundlage bei der Analyse von Ausscheidungen in metallischen Werkstoffen bilden heutzutage thermodynamische Gleichgewichtsberechnungen, die in [5] für verschiedene ferritische nichtrostende Stähle durchgeführt wurden. Als Beispiel sind in **Bild 2.3** die thermodynamischen Zustandsdiagramme des in dieser Arbeit zu untersuchenden Werkstoffs 1.4509 für Temperaturen zwischen 600 und 1500 °C dargestellt. Demnach liegen in diesem Temperaturbereich niob- und titanreiche Monokarbide und -nitride des Typs $\text{Nb}(\text{C,N})$ bzw. $\text{Ti}(\text{C,N})$, die Laves-Phase Fe_2Nb und die σ -Phase in einer Matrix vor, die bei allen Temperaturen unterhalb der Soliduslinie ferritisch bleibt. Zusätzlich konnte in zahlreichen Untersuchungen [19, 31, 32, 33, 34, 35] die Ausscheidung von Karbiden des Typs $\text{Fe}_3\text{Nb}_3\text{C}$ nachgewiesen werden. Solche Karbide treten verstärkt in einfach-stabilisierten Stählen – d.h. Stähle, die nur mit Niob stabilisiert sind – auf. Sie stellen dabei eine Gleichgewichtsphase dar, die die Festigkeit während

Tabelle 2.3: Übersicht der häufigsten Ausscheidungstypen in ferritischen nichtrostenden Stählen [17, 19, 21, 31, 33, 36, 37, 38]

Ausscheidungstyp	Gitterstruktur	Gitterparameter [nm]	Morphologie	Phasengrenzfläche
NbC	kfz	0,447	sphärisch	semi-kohärent
NbN	kfz	0,439	sphärisch	semi-kohärent
M ₆ C (Fe ₃ Nb ₃ C)	kfz	1,13	plattenförmig	semi-kohärent
Laves (Fe ₂ Nb)	hdP	a = 0,482; c = 0,787	stabförmig	inkohärent
TiC	kfz	0,433	sphärisch	semi-kohärent
TiN	kfz	0,424	sphärisch	semi-kohärent
σ-Phase	tetragonal	a = 0,88; c = 0,454	k. A.	k. A.
α' _{Cr} -Phase	krz	0,2885	sphärisch	kohärent

des Hochtemperatureinsatzes erheblich herabsetzt. Maßnahmen zur Verhinderung der Fe₃Nb₃C-Ausscheidung sind – ähnlich wie im Fall der Sensibilisierung durch Chromkarbide und Chromnitride – einerseits die Reduzierung des C-Gehalts und andererseits das Zulegieren von stärkeren Karbidbildnern wie Titan, Hafnium, Zirkonium und Tantal [19]. Insbesondere hat sich im industriellen Umfeld die Zugabe von Titan etabliert, wobei der für eine vollkommene Stabilisierung erforderliche Ti-Gehalt direkt vom (C+N)-Gehalt abhängt [12].

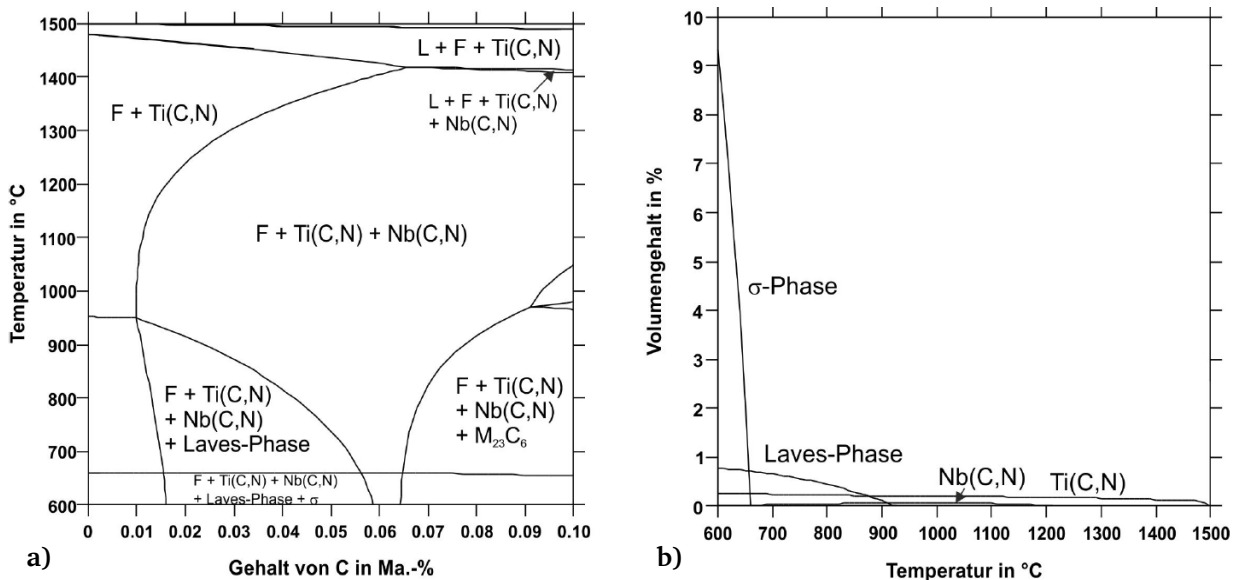


Bild 2.3: Thermodynamische Zustandsdiagramme des ferritischen nichtrostenden Stahls 1.4509 (X2CrTiNb18) im Temperaturbereich zwischen 600 und 1500 °C, berechnet mit der Software Thermo-Calc®, Datenbank TCFE6.2. Gleichgewichts-Phasendiagramm (a). Volumenanteil einzelner Phasen in Abhängigkeit von der Temperatur (b) [5]

Im Folgenden wird auf die Laves-, σ - und α'_{Cr} -Phase näher eingegangen. Aufgrund ihrer *in situ* Ausscheidung – das heißt während des Hochtemperatureinsatzes – und ihrer begrenzten Langzeitstabilität, können diese Phasen das Hochtemperaturverhalten maßgeblich beeinflussen. Dagegen stellen Monokarbide und -nitride Primärausscheidungen dar, die im typischen Anwendungstemperaturbereich bis etwa 900 °C thermodynamisch sehr stabil sind und daher nicht näher beschrieben werden. Die χ -Phase stellt eine komplexe intermetallische Eisen-Chrom-Molybdän/Wolfram-Verbindung die nur in Molybdän- bzw. Wolfram-haltigen Stählen vorkommen kann [5, 14].

2.1.3.1 Laves-Phase

Die Laves-Phase ist eine intermetallische Phase, die grundsätzlich drei unterschiedliche Strukturen aufweisen kann: die kubische $MgCu_2$ (C15), die hexagonale $MgZn_2$ (C14) und die ebenfalls hexagonale $MgNi_2$ (C36) Struktur [39]. Die mechanischen Eigenschaften der Laves-Phase sind durch eine hohe Festigkeit und eine hohe Sprödigkeit geprägt. Dabei sind die mechanischen Eigenschaften, speziell die Härte, weniger von der Kristallstruktur und vielmehr von der chemischen Zusammensetzung abhängig [5]. Von besonderem Interesse ist in ferritischen Stählen die hexagonale Fe_2Nb -Laves-Phase (C14). Neben Niob können weitere Elemente wie Wolfram, Molybdän, Silizium und Titan an der Bildung der Laves-Phase in ferritischen rostfreien Stählen beteiligt sein.

In dem in dieser Arbeit zu untersuchenden Werkstoff 1.4509 scheidet sich bei einem C+N Gehalt zwischen 0,03 und 0,04 wt % aus der flüssigen Phase zunächst $Ti(C,N)$ und anschließend im festen Zustand $Nb(C,N)$ aus (**Bild 2.3a**). Die Anteile der beiden Primärausscheidungen liegen unter 0,5 Vol.-%. Überschüssiges Niob bildet einen übersättigten Mischkristall, aus dem sich entweder bei langsamer Abkühlung oder bei Auslagerung im Temperaturbereich von etwa 600 bis 950 °C die Niob-reiche Laves-Phase ausscheidet [32].

Wie zuvor erwähnt, besitzt die Laves-Phase eine hexagonal dichtest gepackte Kristallstruktur mit einem Verhältnis der Gitterparameter c/a von etwa 1,63. Die Gitterparameter von Matrix und Ausscheidung weichen deutlich voneinander ab. Dementsprechend liegt eine inkohärente Phasengrenzfläche vor, die in [31] mittels Feinbereichsbeugung im Transmissionselektronenmikroskop nachgewiesen wurde (**Bild 2.4**). In frühen Stadien des Ausscheidungsprozesses bilden sich vorwiegend blockförmige Laves-Phasen-Teilchen aus. Mit zunehmender Auslagerungszeit ändert sich die Teilchenmorphologie und es sind vorwiegend nadelförmige Ausscheidungen zu beobachten [38, 40, 41].

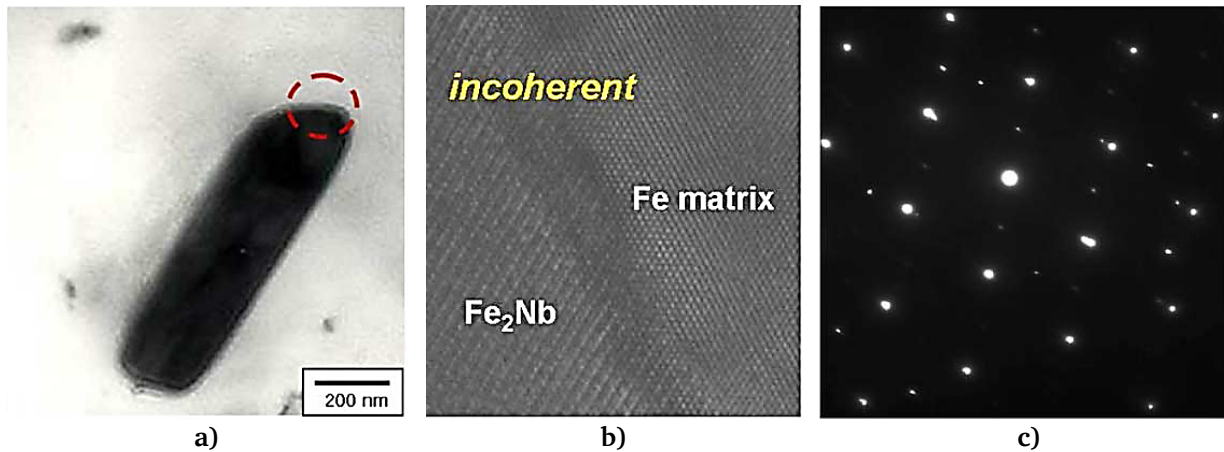


Bild 2.4: TEM-Aufnahme eines Laves-Phasen-Teilchens in einem bei 700 °C und 1000 h ausgelagerten ferritischen nichtrostenden Stahl mit einem Cr- und Nb-Gehalt von jeweils 15 und 0,4 wt % (a), hochauflösende Detailaufnahme der inkohärenten Phasengrenzfläche Teilchen/Matrix (b) und zugehöriges Muster der Feinbereichsbeugung [31]

Im Legierungssystem Fe-18Cr-X (X = Nb, Mo, W, Si, Ti und Al) weist das Element Niob den stärksten Einfluss auf die Bildung der Laves-Phase auf, wobei die Wirkung dieses Elements durch geringe Gehalte an C und N, die bei der Stahlherstellung unvermeidbar sind, reduziert wird. Dies hängt mit der starken Affinität von Nb zu C und N und der dadurch begünstigten Bildung von Karbiden und Nitriden anstelle der Laves-Phase. Das Mikrolegieren von Titan minimiert die Primärausscheidung von Nb(C,N), womit ein höherer Anteil an gelöstem Niob zur Laves-Phasen-Ausscheidung zur Verfügung steht [30]. Durch Zugabe der Elemente Wolfram, Molybdän und Silizium wird die Laves-Phasen-Ausscheidung ebenfalls verstärkt, wobei Silizium die größte Wirkung zur Steigerung des Volumenanteils und der Solvustemperatur der Laves-Phase zeigt [5, 17, 42, 43, 44].

Die Auflösungstemperatur der Laves-Phase für den in dieser Arbeit zu untersuchenden Werkstoff 1.4509 wurde in [16] auf Basis von Glühversuchen zu etwa 930 °C ermittelt. Dieser Wert stimmt mit der in [5, 30] mit Hilfe von thermodynamischen Berechnungen ermittelten Auflösungstemperatur von 925 °C gut überein (**Bild 2.3b**).

Sello *et al.* [32, 33] untersuchten die Thermodynamik und Kinetik der Laves-Phasen-Ausscheidung in dual-stabilisierten ferritischen 18 % Cr-Stählen mit verschiedenen Gehalten an Niob, Titan und Molybdän. Dabei wurden isotherme Auslagerungsversuche im Temperaturbereich von 600 bis 850 °C und mit Auslagerungszeiten von 5 bis 1000 min durchgeführt. Mit Hilfe von röntgendiffraktometrischen Messungen an elektrochemisch isolierten Ausscheidungsteilchen wurde der zeit- und temperaturabhängige Volumenanteil der Laves-Phase ermittelt. Das auf dieser Basis entwickelte Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm (ZTA) für einen ferritischen nichtrostenden Stahl vom Typ AISI 441 – mit einer ähnlichen chemischen Zusammensetzung wie der Werkstoff 1.4509 – ist in **Bild 2.5** dargestellt. Die gestrichelten

Linienbereiche unterhalb 700 °C deuten darauf hin, dass es sich dabei um geschätzte Kurvenverläufe handelt, denn das Gleichgewichtsvolumenanteil im unteren Temperaturbereich – aufgrund des geringen Diffusionskoeffizienten von Nb – bei der maximalen Auslagerungszeit nicht erreicht wurde. Dennoch zeigen diese Ergebnisse, dass zwei charakteristische „Nasen“ der C-förmigen Kurve im ZTA-Diagramm für die Laves-Phasen-Ausscheidung in dieser Legierung existieren, wobei die eine bei etwa 825 °C und die andere im Bereich von 650 bis 675 °C liegt. Als Ursache für dieses Phänomen wird der temperaturabhängige Keimbildungsmechanismus herangezogen. In Übereinstimmung mit Ergebnissen aus [38, 40] zeigt sich, dass – aufgrund der Inkohärenz zur Matrix und der hohen volumetrischen Fehlpassung – sich die Laves-Phase in ferritischen rostfreien Stählen heterogen an Gitterfehlstellen ausscheidet. TEM-Befunde legen nahe, dass, während im unteren Temperaturbereich Versetzungen die bevorzugten Keimbildungsorte sind (**Bild 2.6a**), im oberen Temperaturbereich die Keimbildung an Korn- und Subkorn Grenzen dominiert (**Bild 2.6b**). Dieses Verhalten lässt sich auf Basis der klassischen Theorie der heterogenen Keimbildung dadurch erklären, dass bei hohen Temperaturen, bei denen die Übersättigung des Mischkristalls und somit die chemische Triebkraft für die Ausscheidungsreaktion relativ niedrig sind, eine Keimbildung an Korngrenzen energetisch bevorzugt wird, weil die Grenzflächen- und Gitterverzerrungsenthalpie an diesen Fehlstellen wesentlich reduziert werden [45]. Mit sinkender Temperatur nehmen wiederum die Unterkühlung und somit auch die Wahrscheinlichkeit der Keimbildung an Versetzungen zu. Folglich wird die Diskontinuität der C-förmigen Kurve im ZTA-Schaubild dem Wechsel des dominierenden Keimbildungsmechanismus zugeschrieben. Dieses Phänomen wurde auch bei der Ausscheidung einer hexagonalen AlN-Phase in einem HSLA-Stahl beobachtet [46].

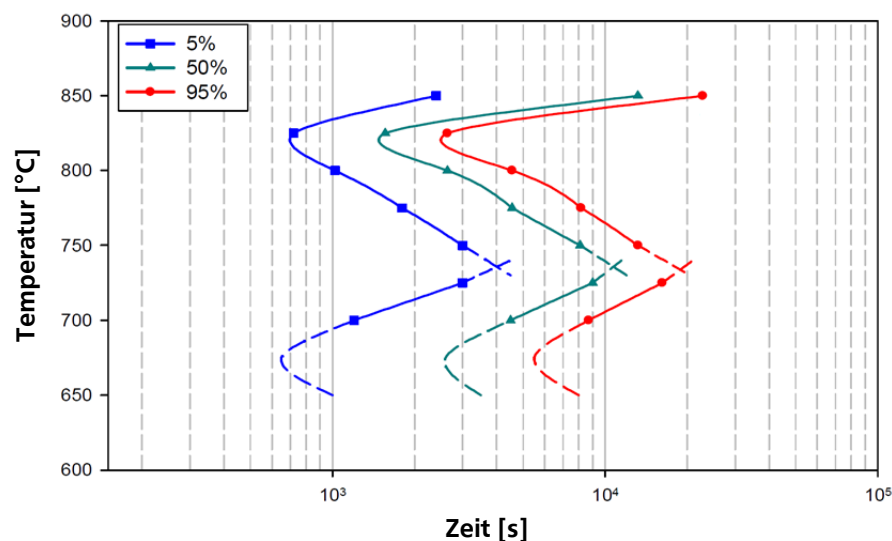


Bild 2.5: Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm für die Bildung der Laves-Phase in einem ferritischen nichtrostenden Stahl AISI 441 mit Angabe der Zeitgrenzen zum Erreichen von 5, 50 und 95 % des Gleichgewichtsvolumenanteils (nach Sello [32])

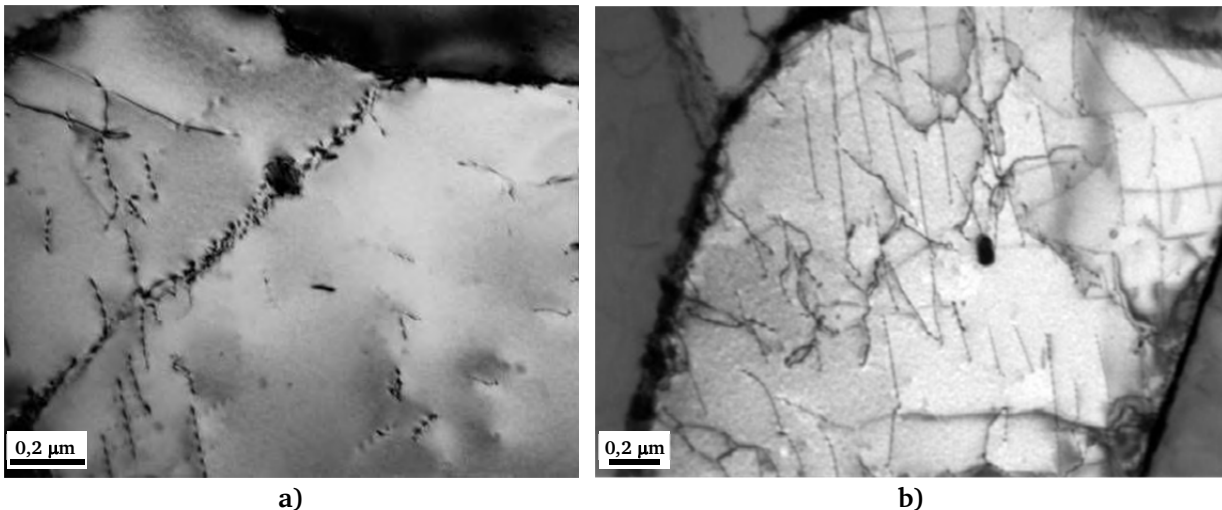


Bild 2.6: Zum temperaturabhängigen Wechsel des dominierenden Keimbildungsmechanismus der Laves-Phase in einem ferritischen nichtrostenden Stahl vom Typ AISI 441. Keimbildung an Versetzungen nach Auslagerung bei 700 °C (a) und Keimbildung an Subkorn Grenzen bei 800 °C (b). TEM-Aufnahmen [32]

Unter thermischer und mechanischer Beanspruchung findet eine schnelle Vergrößerung der Laves-Phase in ferritischen rostfreien Stählen statt [30, 31]. Diese beruht auf der inkohärenten Phasengrenzfläche zwischen Ausscheidung und Matrix und der damit einhergehenden hohen Grenzflächenenthalpie, die infolge Ostwald-Reifung minimiert wird [31]. Ferner zeigt die Laves-Phase eine von der plastischen Verformung stark abhängigen Keimbildungs- und Wachstumsrate. Dieses sogenannte verformungsinduzierte Wachstums- und Vergrößerungsverhalten ließ sich in [16, 40] experimentell durch Bestimmung der Teilchengröße in der verformten Prüfzone sowie im unverformten Einspannbereich von Warmzugversuchs- bzw. Kriechversuchsproben eindeutig nachweisen.

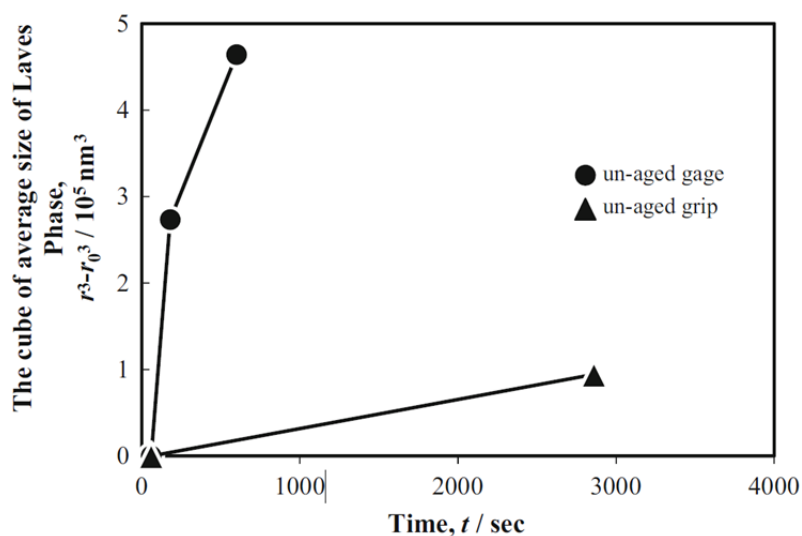


Bild 2.7: Einfluss der plastischen Verformung auf das Wachstums- und Vergrößerungsverhalten der Laves-Phase in einem Stahl vom Typ 18Cr-2Mo-0,5Nb in der Darstellung der Änderung der mittleren Teilchenradiuskuben ($r^3 - r_0^3$) über der Zeit. Unverformter Einspannbereich (Dreiecke) und plastisch verformter Prüfbereich (Kreise) von bei 700 °C geprüften Warmzugproben [40]

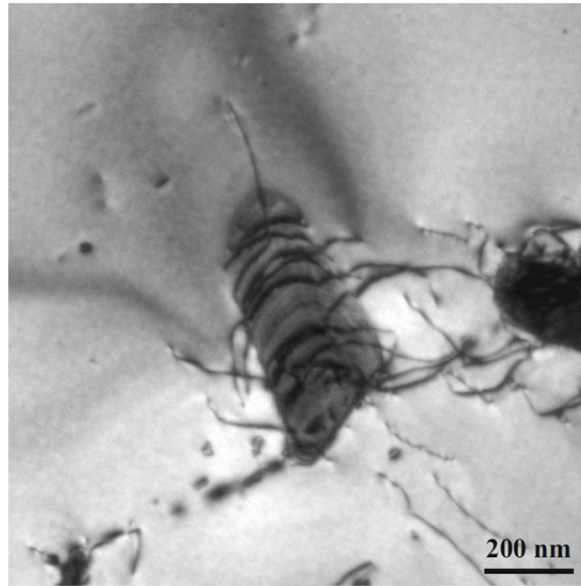


Bild 2.8: TEM-Aufnahme von Versetzungsringen um eine Laves-Phasen-Ausscheidung im Bereich der verformten Prüfzone einer bei 750°C geprüften Warmzugprobe aus einem ferritischen nichtrostenden Stahl vom Typ 18Cr-2Mo-0,5Nb [40]

Die Tatsache, dass bei den für diese Werkstoffklasse hohen Temperaturen im Bereich von 900 °C keine signifikante Kornvergrößerung auftritt, wird auf der Ausscheidung der Laves-Phase an Korngrenzen zurückgeführt. Die damit verbundene Behinderung der Korngrenzenbeweglichkeit sorgt dafür, dass die Hochtemperaturfestigkeit und Duktilität auch nach langzeitiger Auslagerung bei 900 °C erhalten bleibt [16, 30]. Dennoch kann die an Korn- und Subkorngrenzen ausgeschiedene Laves-Phase auch zu einer Versprödung des Werkstoffs führen. Die Zähigkeit und Duktilität lassen sich in diesem Fall durch Aufheizen oberhalb der Auflösungstemperatur der Laves-Phase und eine anschließende schnelle Abkühlung wiederherstellen. Dabei ist jedoch zu beachten, dass oberhalb der Solvustemperatur der Laves-Phase sich wiederum die Gefahr der Kornvergrößerung mit steigender Temperatur erhöht, so dass die Wärmebehandlungsparameter vorsichtig einzustellen sind [32, 38, 47].

Sowohl für die Stabilität als auch für die Auswirkung von Ausscheidungen auf die mechanischen Eigenschaften spielt der Aufbau der Phasengrenzen zwischen Teilchen und Matrix eine bedeutende Rolle. Zwischen Laves-Phasen-Teilchen und der ferritischen Matrix in Niobhaltigen ferritischen nichtrostenden Stählen liegt eine inkohärente Phasengrenzfläche vor [31]. Die Festigkeitssteigerung infolge der Laves-Phasen-Ausscheidung beruht somit auf dem Orowan-Mechanismus [48, 49], bei dem ein Umgehen der Teilchen durch Spannungserhöhung und Zurücklassen von Versetzungsringen erfolgt (**Bild 2.8**). Während des Hochtemperatureinsatzes lässt sich diese teilchenhärtende Wirkung der Laves-Phase jedoch – aufgrund der hohen Ostwald-Reifung – nur über relativ kurze Zeiten aufrechterhalten. Ferner führt die Ausscheidung der Laves-Phase Fe_2Nb zu einer Verringerung des in der Matrix gelösten Nb-

Gehalts und somit zu einem Verlust an Mischkristallhärtung [19, 31, 50]. Insofern lässt sich insgesamt ein schädlicher Einfluss der Laves-Phasen-Ausscheidung auf die Hochtemperaturfestigkeit ferritischer nichtrostender Stähle feststellen, wobei sich die Festigkeitsänderung aus der Überlagerung verschiedener mikrostruktureller Veränderungen – nämlich die heterogene Ausscheidung der Laves-Phase, die temperatur- und verformungsabhängige Evolution ihrer Dispersionsparameter und die Matrixverarmung an mischkristallverfestigenden Elementen – ergibt. Dennoch ist die Ausscheidung der Laves-Phase zweckmäßig, um Kornvergrößerung und eine daraus resultierende Versprödung und Festigkeitsreduzierung zu vermeiden.

2.1.3.2 σ -Phase

Die σ -Phase stellt eine intermetallische Verbindung zwischen Eisen und Chrom mit annähernd äquiatomer Zusammensetzung (FeCr) dar und besitzt eine tetragonale Gitterstruktur mit 30 Atome pro Einheitszelle und einem Verhältnis der Gitterparameter c/a von etwa 0,52 [51]. Die σ -Phase ist eine Gleichgewichtsphase, die dem Fe-Cr-Legierungssystem inhärent ist, wie dem Phasendiagramm in Bild 2.1 zu entnehmen ist. Diese Phase kann insbesondere bei Legierungen mit einem hohen Chrom-Gehalt zu einer schwerwiegenden Versprödung führen, die sich jedoch mit Hilfe einer Glühbehandlung bei einer Temperatur oberhalb der Auflösungstemperatur vollständig beseitigen lässt [12]. Mit einem hohen Chromgehalt im Bereich zwischen 40 und 50 % führt die Bildung der σ -Phase zu einer deutlichen Verarmung des passivierenden Elementes in der Matrix und dadurch auch zu einer Verschlechterung der Korrosionsbeständigkeit [17].

Der Temperaturbereich für die Ausscheidung der σ -Phase hängt von der chemischen Zusammensetzung und vom vorausgehenden Stahlverarbeitungsprozess ab. Im Allgemeinen lässt sich jedoch feststellen, dass sich diese Phase erst nach langen Auslagerungszeiten im Temperaturbereich zwischen 565 und 980 °C bildet, wobei die „Nase“ der C-förmigen Kurve im ZTU-Diagramm – d.h. die kürzeste Ausscheidungsdauer – zwischen etwa 700 und 810 °C liegt [14]. In ferritischen rostfreien Stählen ist die Ausscheidungsrate der σ -Phase im Vergleich zu α'_{Cr} -Phase deutlich geringer.

2.1.3.3 α'_{Cr} -Phase (475 °C-Versprödung)

Die Ausscheidung der kohärenten α'_{Cr} -Phase beruht auf der Existenz einer Mischungslücke unterhalb des σ -Felds im Fe-Cr-Zweiphasensystem (Bild 2.1), wodurch eine Entmischung der Ferrit-Phase in eine Eisen-reiche (α) und eine Chrom-reiche Phase (α'_{Cr}) stattfindet [52, 53]. Dieser Prozess führt zu einem deutlichen Duktilitäts- und Zähigkeitsverlust. Die höchsten Werte der Versprödungsrate liegen bei etwa 475 °C, weshalb dieses Phänomen auch als 475 °C-Versprödung bezeichnet wird [5, 17].

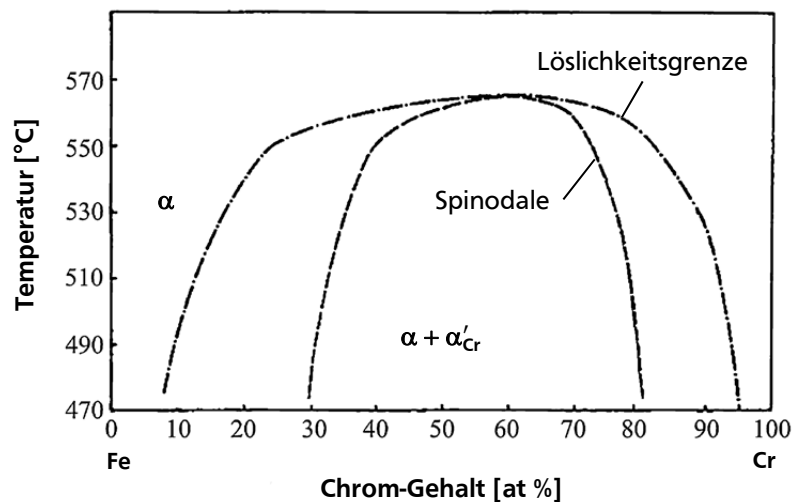


Bild 2.9: Mischungslücke des binären Fe-Cr-Legierungssystems. Löslichkeitsgrenze (nach Williams [54]) und Grenze zwischen spinodaler Entmischung und Entmischung durch Keimbildung und -wachstum (nach Chandra und Schwartz [55])

Eisen und Chrom zeigen eine vollständige Löslichkeit nur im flüssigen Zustand. Im festen Zustand existiert eine Mischungslücke im Fe-Cr-Zweiphasensystem, die erstmalig von Williams [54] untersucht wurde. Die ermittelte Löslichkeitsgrenze zeigt das Phasendiagramm in **Bild 2.9**. Demnach kann die α'_{Cr} -Phasen-Ausscheidung im binären Legierungssystem Fe-Cr in einem weiten Bereich des Cr-Stoffmengenanteils (etwa 10 bis 95 at %) und bei Temperaturen unterhalb etwa 560 °C auftreten. Oberhalb dieser Temperatur kann die α'_{Cr} -Phase vollständig aufgelöst werden. Die Entmischung der metastabilen Ferrit-Phase innerhalb der Mischungslücke kann – je nach Cr-Gehalt und Temperatur – entweder durch (i) eine spinodale Entmischung, bei der sich das System spontan entmischt und sich die Gleichgewichtszusammensetzung im Laufe der Zeit einstellt, oder (ii) durch einen Keimbildungsprozess ablaufen, indem sich ein Keim mit der Gleichgewichtszusammensetzung bildet [45]. Die von Chandra und Schwartz [55] ermittelte Grenze zwischen spinodale Entmischung und Entmischung durch Keimbildung und -wachstum ist ebenfalls in Bild 2.9 gezeigt.

Die Chrom-reiche α'_{Cr} -Phase scheidet sich in Form von sehr feinen sphärischen Teilchen (innerhalb der Spinodale) bzw. scheibenförmigen Teilchen (außerhalb der Spinodale) mit einer Größe von nur wenigen Nanometer aus [56]. Sie besitzt eine kubisch-raumzentrierte Struktur, wobei der Gitterparameter nahezu identisch mit dem der Matrix ist, so dass eine kohärente Phasengrenzfläche vorliegt. Die Wachstums- und Vergrößerungsrate ist dabei sehr gering. Grobner [57] ermittelte beispielsweise an einem 18 %-Cr-Stahl nach 2400 h bei 482 °C einen mittleren Teilchenradius von etwa 7 nm (**Bild 2.10**). Fisher *et al.* [58] stellten fest, dass in einem Auslagerungszeitintervall zwischen 10000 und 34000 h die Partikelgröße nahezu konstant bleibt. Diese „träge“ Wachstums- und Vergrößerungskinetik ist einerseits auf der niedrigen Grenzflächenenthalpie und andererseits auf der niedrigen Cr-Diffusionsrate im Tempera-

turbereich des Auftretens der 475 °C-Versprödung zurückzuführen. Dieses Verhalten hat zur Folge, dass eine bei ausscheidungsverfestigenden Prozessen stets auftretende Überalterung im Fall der 475°C-Versprödung praktisch vernachlässigbar ist. Die α'_{Cr} -Phase setzt sich im Grunde aus Eisen und Chrom zusammen, wobei der Cr-Gleichgewichtsstoffmengenanteil bei etwa 85 at % liegt [59]. Die α'_{Cr} -Phase ist paramagnetisch bei Raumtemperatur [57].

Aufgrund der minimalen Gitterfehlpassung und der extrem kleinen Teilchengröße, ist eine direkte Beobachtung der α'_{Cr} -Phase schwierig. Mikrostrukturelle Veränderungen, die mit Hilfe von konventionellen Untersuchungsmethoden wie Lichtmikroskopie oder Röntgendiffraktometrie auflösbar wären, sind in der Regel nicht vorhanden [60]. In bestimmten Fällen können die Korngrenzen nach einer Ätzung breiter und das Korninnere dunkler im Vergleich zum nicht versprödeten Gefüge erscheinen [14]. Die Ausscheidungen lassen sich erst nach langen Alterungszeiten mittels TEM auflösen [60, 61]. Frühe Stadien des Entmischungsprozesses können nur mit Hilfe von speziellen Methoden wie Mössbauer-Spektroskopie [55, 62], Feldionenmikroskopie oder Atomsondentomographie [59, 63, 64] beobachtet werden.

Eine Auslagerung im Temperaturbereich des Auftretens der 475 °C-Versprödung führt zu einer deutlichen Festigkeitssteigerung sowie zu einem drastischen Duktilitäts- und Zähigkeitsverlust. Daher werden bei der Untersuchung der Ausscheidungskinetik – neben den oben genannten metallographischen Untersuchungsmethoden – Messungen der mechanischen Eigenschaften wie Härte, Kerbschlagzähigkeit sowie im Zugversuch ermittelten Kennwerte wie Zugfestigkeit, 0,2 %-Dehngrenze und Bruchdehnung herangezogen [57, 65, 66]. Dabei stellt die Ermittlung der Spröd-Duktil-Übergangstemperatur auf Basis von Kerbschlagbiegeversuchen das empfindlichste und eindeutigste Maß zur Charakterisierung der Versprödung dar [60].

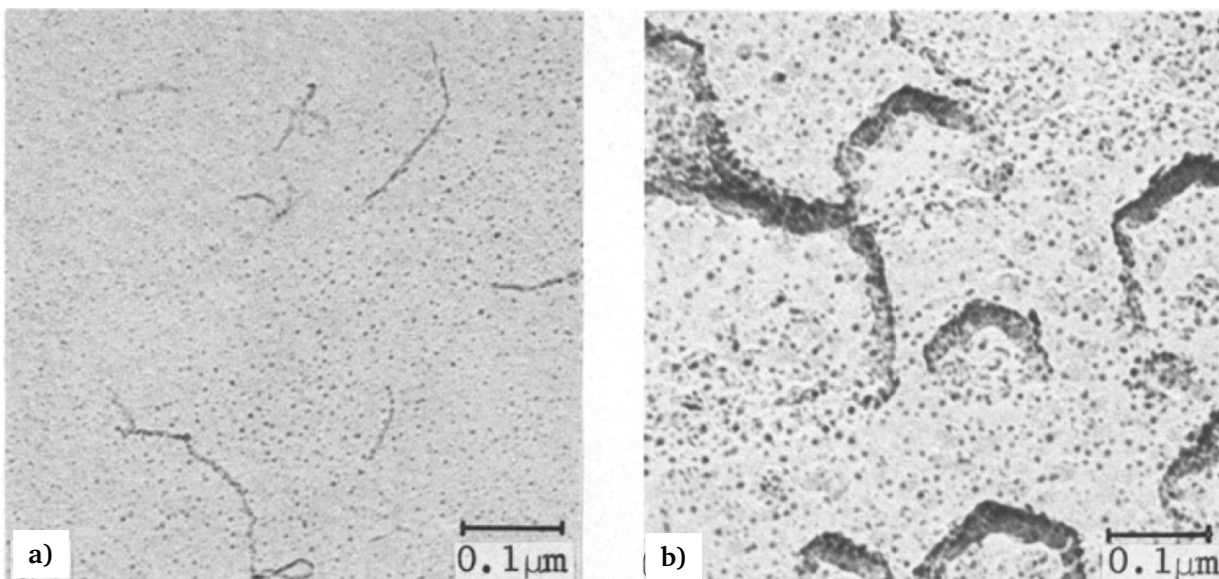


Bild 2.10: TEM-Aufnahmen eines ferritischen 18 %-Cr-Stahls nach Auslagerung bei 482°C. Auslagerungszeiten: 480 h (a) und 2400 h (b) [57]

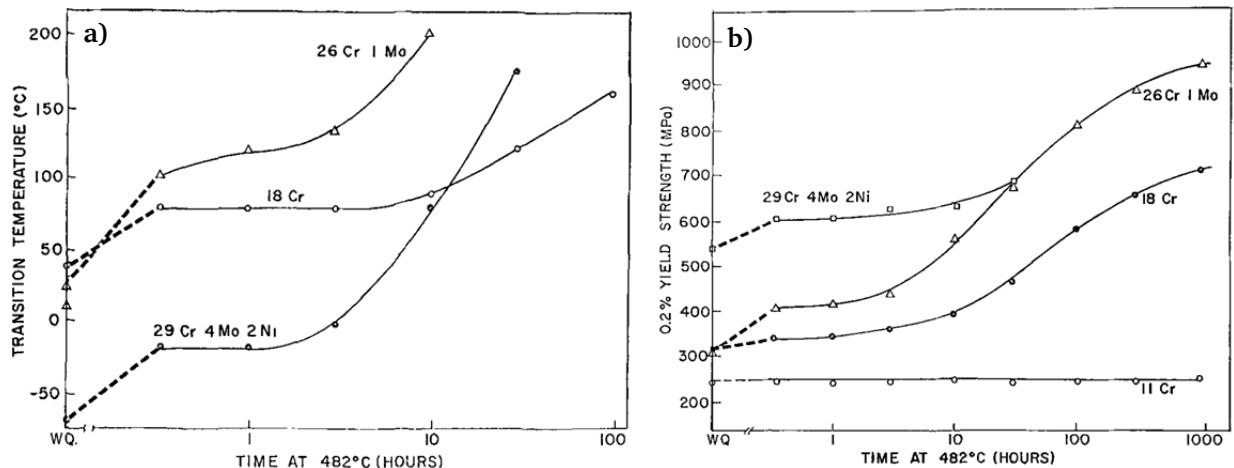


Bild 2.11: Spröd-Duktil-Übergangstemperatur (a) und 0,2 %-Dehngrenze (b) von ferritischen nichtrostend Stählen mit verschiedenen Gehalten an Chrom in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei 482 °C [60]

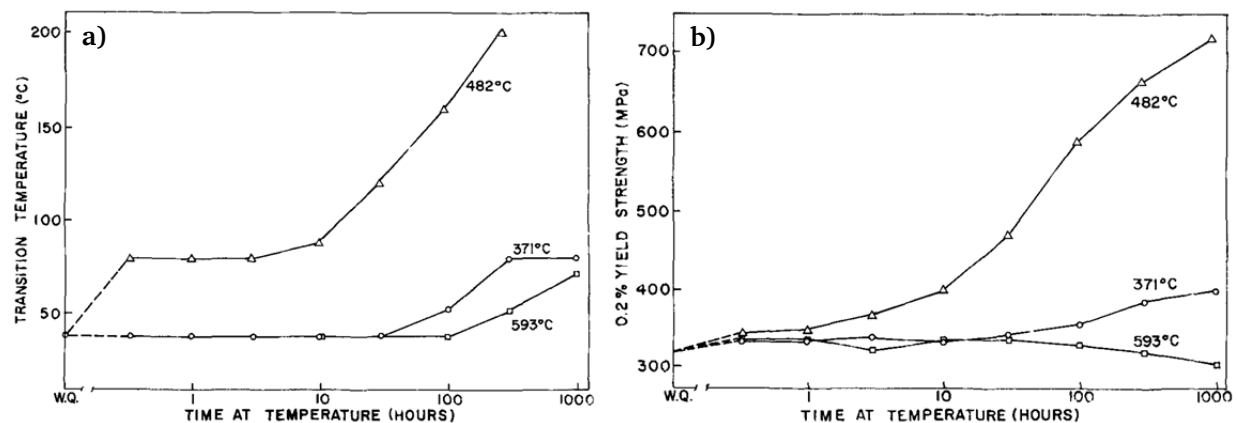


Bild 2.12: Spröd-Duktil-Übergangstemperatur (a) und 0,2 %-Dehngrenze (b) eines ferritischen 18%-Chrom-Stahls in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei 371, 482 und 593 °C [60]

In Fe-Cr-Legierungen stellt Chrom das Legierungselement dar, das die Ausscheidung der α'_{Cr} -Phase am stärksten beeinflusst. Wie zuvor erwähnt, wird der Entmischungsmechanismus – spinodale Entmischung oder Entmischung durch Keimbildung und -wachstum – von dem Cr-Gehalt bestimmt, wobei der Übergang im Konzentrationsbereich der Spinodale allmählich stattfindet. Beispielsweise läuft die Entmischung bei 475 °C und einem Cr-Gehalt unterhalb etwa 30 wt % vorwiegend durch Keimbildung und -wachstum ab. Die Effekte der α'_{Cr} -Phasen-Ausscheidung sind bei einem Cr-Gehalt kleiner 12 wt % – aufgrund der geringen Übersättigung und der entsprechend niedrigen Ausscheidungsrate – praktisch vernachlässigbar. Das Ausmaß der Versprödung nimmt mit steigendem Cr-Gehalt zu. Neben Chrom beeinflussen auch andere substitutionelle Legierungselemente wie Nickel, Niob, Titan, Molybdän und Aluminium die Bildung der α'_{Cr} -Phase und führen grundsätzlich zu einer Erhöhung der Versprödungsrate [67, 68, 69].

In „realen“ Legierungen wirkt sich auch der Anteil an interstitiellen Elementen (hauptsächlich Kohlenstoff und Stickstoff) auf den Versprödungsprozess aus, was für kommerzielle ferritische nichtrostende Stähle mit relativ hohen (C+N)-Gehalten von besonderer Bedeutung ist. In einer Vielzahl von wissenschaftlichen Arbeiten [56, 57, 67, 70, 71, 72, 73] wurde der Einfluss von interstitiellen Elementen auf die 475°C-Versprödung untersucht, wobei sich verschiedene Effekte unterscheiden ließen. Einerseits weisen die Elemente Kohlenstoff und Stickstoff eine hohe Affinität zu Chrom, andererseits führen sie im interstitiell gelösten Zustand zu einer elastischen Gitterverzerrung, die durch die Anreicherung von Chrom-Atomen reduziert wird. Beide Effekte fördern die α - α'_{Cr} -Entmischung. Weiterhin sind zwei Stadien des Alterungsprozesses bei einer bestehenden Konzentration interstitiell gelöster Fremdatome zu beobachten, wie am Beispiel der Verläufe in **Bild 2.11** und **Bild 2.12** zu sehen ist. Die in einem frühen Stadium auftretende Verfestigung steht in Zusammenhang mit der Diffusion der interstitiell gelösten Elemente in die Spannungsfelder der Versetzungen und – je nach chemischer Zusammensetzung und Auslagerungstemperatur – einer nachfolgenden Ausscheidung von Karbiden und Nitriden hauptsächlich vom Typ Cr_{23}C_6 bzw. Cr_2N [57, 70], die eine Versetzungsverankerung bewirken. Dieser Mechanismus wird als Reckalterung bezeichnet und ist in Abschnitt 2.2.3 näher beschrieben. Das frühe Auftreten der Verfestigung infolge Reckalterung ist auf dem im Temperaturbereich der 475 °C-Versprödung hohen Diffusionsvermögen der interstitiellen Elemente im Vergleich zu Chrom zurückzuführen. Die α - α'_{Cr} -Entmischung, die mit einer vergleichsweise höheren Verfestigungsrate verbunden ist, erfolgt in einem späten Stadium des Alterungsprozesses. Diese tritt erst nach einer Inkubationsperiode auf, in der keine wesentliche Veränderung der physikalischen und mechanischen Eigenschaften zu beobachten ist.

Die Verfestigung infolge der α - α'_{Cr} -Entmischung beruht darauf, dass die ausgeschiedenen Teilchen die Versetzungsbewegung hindern. Die Chrom-reiche α'_{Cr} -Teilchen stellen übergroße kohärente Ausscheidungen dar, mit einem höheren Elastizitätsmodul als Eisen bzw. die Eisen-reiche α -Phase. Somit ergeben sich im Grunde drei verschiedene Härtungsmechanismen [74, 75, 76]: (i) Verfestigung infolge der unterschiedlichen Elastizitätsmoduln von Matrix und Ausscheidung, (ii) Verfestigung infolge der Gitterverzerrung und der damit verbundenen Wechselwirkung mit dem Spannungsfeld von Stufenversetzungen, und (iii) eine Verfestigung aufgrund der erhöhten Reibungsspannung, die erforderlich ist, damit Stufenversetzungen – durch den Mechanismus des Schneidens oder Umgehens (Orowan-Mechanismus) – die kohärenten α'_{Cr} -Teilchen überwinden können. Der letztgenannte Mechanismus stellt den wesentlichen Beitrag zur Verfestigung dar.

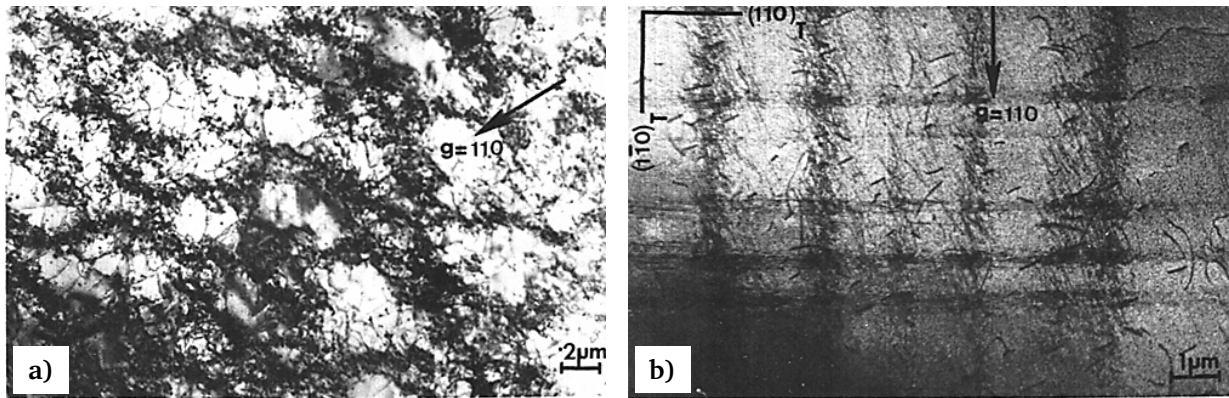


Bild 2.13: Mikrostruktur eines plastisch verformten ferritischen 29 %-Cr-Stahls im lösungsgeglühten Zustand (a) und nach Auslagerung, 30 h bei 482°C (b). TEM-Aufnahmen, [60]

Beim Auftreten der 475 °C-Versprödung ändert sich ferner der mikroskopische Mechanismus plastischer Verformung. Aufgrund der zahlreichen Gleitsysteme im krz-Gitter und der hohen Stapelfehlerenergie, die das Quergleiten von Versetzungen begünstigt, zeigt die verformte Mikrostruktur des α -Ferrits unter normalen Bedingungen – d.h. im unversprödeten Zustand – ein „welliges Gleiten“ (engl. *wavy slip*) sowie Versetzungsbündel- bzw. Zellstrukturen. Die Ausscheidung der α'_{Cr} -Phase ändert dieses Verhalten, insofern die Bewegung von Versetzungen erschwert und das Gleiten auf wenige Kristallebenen beschränkt wird. Es kommt dadurch zu planarem Gleiten, was typisch für kfz-Legierungen und Legierungen mit niedriger Stapelfehlerenergie ist. Die verformte Mikrostruktur ist in diesem Fall von mikroskopisch sichtbaren Gleitlinien entlang bevorzugter Gleitebenen geprägt [60, 77]. Der Wechsel des Verformungsmechanismus vom welligen zum planaren Gleiten ist in **Bild 2.13** am Beispiel von TEM-Aufnahmen eines hochchromhaltigen ferritischen Stahls im lösungsgeglühten Zustand und im Zustand nach einer Auslagerung bei 482°C dargestellt.

Die 475 °C-Versprödung beeinflusst auch das Bruchverhalten ferritischer nichtrostender Stähle. Mit der Alterungszeit geht das Verhalten von duktilen Wabenbrüchen zu interkristallinen Brüchen, und schließlich zu einer Mischung von interkristallinen und transkristallinen Spaltbrüchen über [69, 78].

Nach der kurzen Vorstellung der in dieser Arbeit untersuchten Werkstoffklasse soll in nachfolgendem Abschnitt auf Grundlagen des Hochtemperaturwerkstoffverhaltens und der konstitutiven Werkstoffmodellierung eingegangen werden.

2.2 Hochtemperaturwerkstoffverhalten

2.2.1 Mechanismen der plastischen Verformung metallischer Werkstoffe

Plastische Verformung metallischer Werkstoffe erfolgt durch eine Reihe unterschiedlicher, oft konkurrierender, Mechanismen. Die Kombination von Spannung, Temperatur und Verformungsgeschwindigkeit bestimmt, welche Mechanismen vorherrschend zur plastischen Deformation beitragen. Entsprechend lässt sich für jeden Verformungsmechanismus ein Dominanzbereich identifizieren und graphisch mit Hilfe von sogenannten Verformungsmechanismuskarten darstellen. Diese werden nach Ashby *et al.* [79], die Verformungsmechanismuskarten für viele Reinetalle, Legierungen und Keramiken erstellt haben, auch *Ashby-maps* genannt. **Bild 2.14** zeigt schematisch eine Verformungsmechanismuskarte mit den Achsen der auf den Schubmodul normierten Schubspannung τ/G und der homologen Temperatur T/T_s . Das Diagramm lässt sich in die fünf Bereiche (1) Fließen oberhalb der theoretischen Festigkeit, (2) Plastizität bei niedrigen Temperaturen durch Versetzungsgleiten bzw. durch Zwillingsbildung, (3) Versetzungskriechen (auch Potenzgesetzkriechen genannt), (4) Diffusionskriechen und (5) Elastische Verformung¹ einteilen. Im Bereich des Versetzungskriechens kann die plastische Verformung bei hohen Temperaturen ($T \geq 0,6 T_s$) von dynamischer Rekristallisation begleitet sein. In einer Verformungsmechanismuskarte lassen sich Kurven konstanter Dehnungsgeschwindigkeit (Iso-Dehnraten) eintragen, wie in **Bild 2.14** schematisch gezeigt ist. Somit lässt sich eine Beziehung zwischen den drei makroskopischen Variablen Spannung, Temperatur und Dehnrates direkt abgelesen.

Bild 2.15 zeigt eine alternative Darstellungsform von Verformungsmechanismuskarten, bei der die plastische Scherrate $\dot{\gamma}$ über der normierten Schubspannung aufgetragen ist. Darin lassen sich Kurven konstanter Temperatur (Isothermen) eintragen. Diese Darstellungsform zeigt den Bereich des Versetzungskriechens deutlicher und wird im Zusammenhang mit der Entwicklung und Anpassung von konstitutiven Werkstoffmodellen an experimentellen Daten bevorzugt eingesetzt.

¹ Prinzipiell dehnt sich das Feld des Diffusionskriechens bis 0 K und zu geringsten Spannungen aus. Bei Temperaturen unterhalb etwa 0,4 bis 0,5 T_s und technisch relevanten Zeitenräumen ist die durch Diffusion zustande kommende Verformung im Vergleich zur elastischen Formänderung vernachlässigbar gering, weshalb in manchen Darstellungen von Verformungsmechanismuskarten ein Bereich elastischer Verformung angegeben wird.

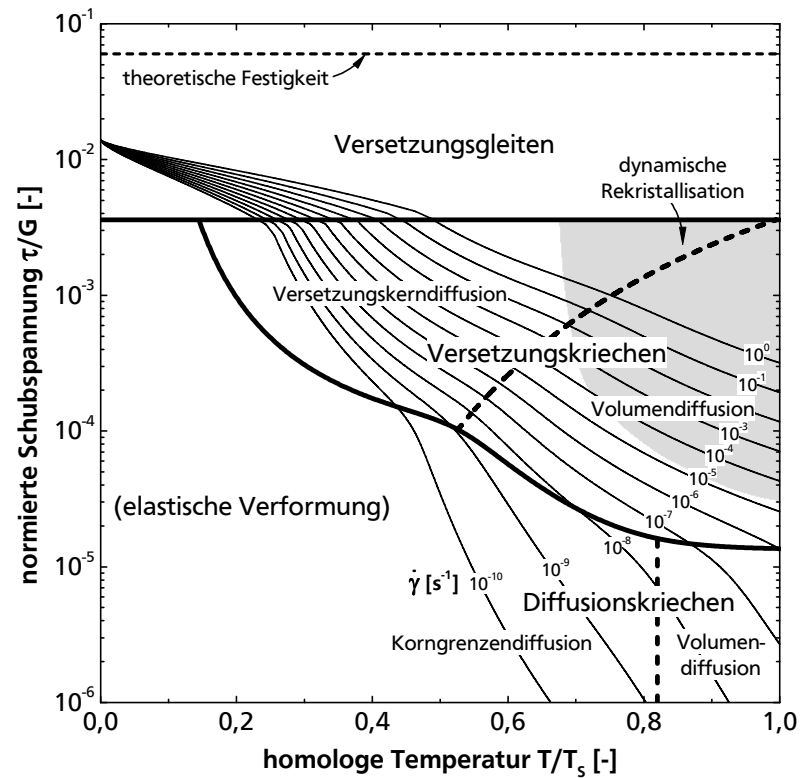


Bild 2.14: Verformungsmechanismuskarte, Darstellung der auf den Schubmodul G normierten Schubspannung τ über der homologen Temperatur T/T_s (schematisch)

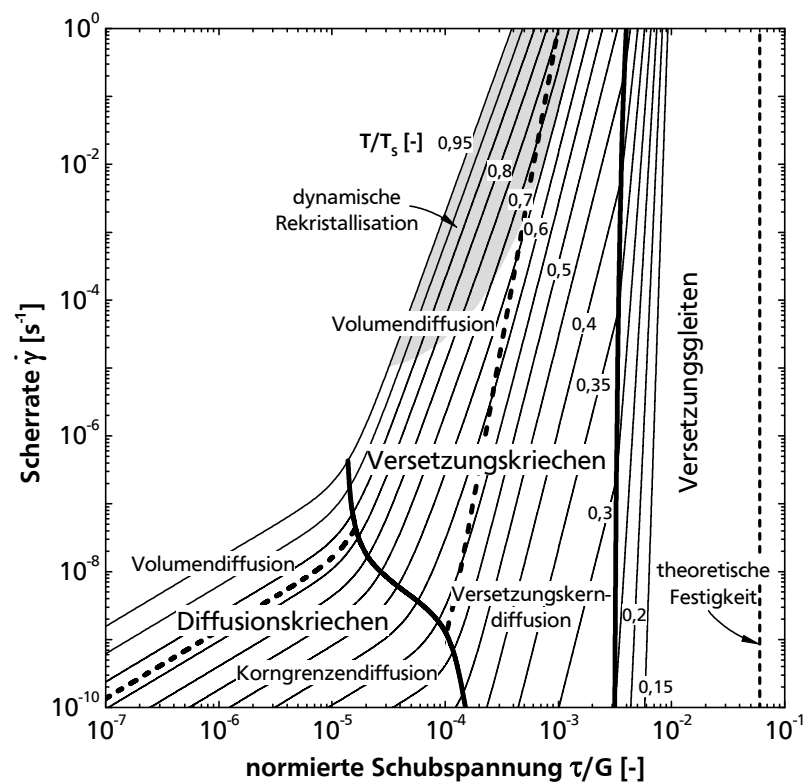


Bild 2.15: Verformungsmechanismuskarte, alternative Darstellung der plastischen Scherrate $\dot{\gamma}$ über der normierten Schubspannung τ/G (schematisch)

Der Konstruktion von Verformungsmechanismuskarten liegt eine Vereinfachung bezüglich der Werkstoffstruktur zugrunde. Diese wird bei niedrigen homologen Temperaturen als konstant angesehen. Bei mittleren und hohen homologen Temperaturen wird andererseits ein stationärer Zustand angenommen. Beide Vereinfachungen führen dazu, dass mikrostrukturelle Parameter – wie beispielsweise die Versetzungsdichte und -anordnung oder die Korngröße – entweder konstant sind oder von den makroskopischen Variablen (Verformungsgeschwindigkeit, Spannung und Temperatur) bestimmt werden. Somit kann die Kinetik der plastischen Verformung mittels mathematischer Beziehungen der Form $\dot{\gamma} = f(\tau, T)$ beschrieben werden.

Plastische Verformung metallischer Werkstoffe wird grundsätzlich von zwei Arten von Gitterdefekten getragen. Diese sind einerseits Versetzungen, die eindimensionale – also linienförmige – Gitterbaufehler darstellen, und andererseits unbesetzte Gitterplätze, die als Leerstellen bezeichnet werden. Entsprechend setzt sich eine plastische Verformung aus einem durch die Bewegung von Versetzungen im Kristallgitter hervorgerufenen Anteil und einem durch diffusionsgesteuerte Leerstellenwanderung bewirkten Betrag zusammen². Im Folgenden werden die physikalisch basierten Gleichungen vorgestellt, die der Konstruktion von Verformungsmechanismuskarten zugrunde liegen. Diese widerspiegeln die Kinetik der auf atomarer Ebene ablaufenden Prozesse und bilden die Grundlage für die Modellierung des Hochtemperaturverformungsverhaltens.

Unterhalb der theoretischen Festigkeit stellt die **Bewegung von Versetzungen** durch den Kristall den Hauptmechanismus plastischer Verformung dar. Die Kinetik der Versetzungsbewegung lässt sich nach Orowan [80] mit Hilfe der Gleichung

$$\dot{\gamma} = \rho_m \cdot b \cdot \bar{v} \quad (2.1)$$

beschreiben. Dabei stellt ρ_m die Dichte mobiler Versetzungen, b der Betrag des Burgers-Vektors und \bar{v} die mittlere Geschwindigkeit der Gleitversetzungen. Nach Argon [81] hängt die Versetzungsdichte von der Spannung gemäß der Beziehung

$$\rho_m \propto \left(\frac{\tau}{G \cdot b} \right)^2 \quad (2.2)$$

² Weitere mikrostrukturelle Vorgänge, die eine plastische Verformung hervorrufen, sind die martensitische Umwandlung und die mechanische Zwillingsbildung [179]. Diese Mechanismen spielen für die plastische Verformung ferritischer nichtrostender Stähle keine bzw. nur eine untergeordnete Rolle, weshalb sie hier nicht näher behandelt werden.

ab. Die mittlere Geschwindigkeit einer Versetzung ist proportional zu der auf sie wirkenden Kraft pro Längeneinheit $F = b \cdot \tau$ und zu ihrer Mobilität M :

$$\bar{v} = F \cdot M \quad (2.3)$$

Das Problem der Beschreibung der Versetzungskinetik besteht somit in der Berechnung der Mobilität M . Neben der Temperatur und Spannung ist die Mobilität von der Form und Natur der Hindernisse, die die Versetzungen zu überwinden haben, bestimmt.

Im Bereich der Niedertemperaturplastizität ($T < 0,3 T_s$) dominiert die plastische Verformung infolge des **Versetzungsgleitens**. Dieser Verformungsmechanismus wird oft als zeitunabhängig eingestuft. Die Kinetik der Versetzungsbewegung ist jedoch im Bereich des Versetzungsgleitens ebenfalls zeitabhängig, insofern diese nahezu immer hindernis-kontrolliert abläuft. Die Wechselwirkung mit Hindernissen, beispielsweise andere Versetzungen, Ausscheidungen oder das periodische Gitterpotenzial (Peierls-Spannung) bestimmt die Höhe der Verformungsgeschwindigkeit. Im Rahmen der Theorie thermischer Aktivierung hängt die Geschwindigkeit der plastischen Verformung infolge des hindernis-kontrollierten Versetzungsgleitens von der Spannung stets nach einem exponentiellen Arrhenius-Gesetz ab [79]:

$$\dot{\gamma} \propto \exp \left(- \frac{\Delta G(\tau)}{k_B \cdot T} \right). \quad (2.4)$$

Dabei stellt k_B die Boltzmann-Konstante dar. Die Größe ΔG ist die freie Gibbs'sche Enthalpie, deren Spannungsabhängigkeit von der Art der Hindernisse (Verteilung, Geometrie, Stärke), die die Versetzungen auf der Gleitebene zu überwinden haben, bestimmt ist. Eine verallgemeinerte Beziehung, welche auf einen phänomenologischen Ansatz nach Kocks *et al.* [82] zurückgeht, liefert die Gleichung

$$\Delta G(\tau) = \Delta F \left[1 - \left(\frac{\tau}{\hat{\tau}} \right)^p \right]^q. \quad (2.5)$$

Die Größe ΔF ist die gesamte freie Energie (Aktivierungsenergie), bei der das Hindernis auch ohne äußere Spannung überwunden werden würde. Die Größe $\hat{\tau}$ stellt entsprechend diejenige Spannung dar, bei der das Hindernis auch ohne thermische Aktivierung überwunden werden würde. Die Exponenten p und q sind Konstanten, die die Geometrie und Verteilung der Hindernisse zur Versetzungsbewegung widerspiegeln. Deren Werte sind begrenzt und liegen im Bereich von jeweils 0 bis 1 und 1 bis 2.

Im Bereich der Hochtemperaturplastizität ($T > 0,5 T_s$) stellt das **Versetzungskriechen** den dominierenden Verformungsmechanismus dar. Die plastische Verformung ist in diesem Be-

reich stark von der Temperatur und Zeit (bzw. Verformungsgeschwindigkeit) abhängig. Dies ist darin begründet, dass Versetzungen bei hohen Temperaturen die Fähigkeit des Kletterns gewinnen. Dabei kann eine Stufenversetzung ihre Gleitebene durch die Adsorption von Leerstellen verlassen. Durch Kletterbewegungen erhalten Versetzungen die Möglichkeit, sich von Hindernissen in ihrer Gleitebene zu befreien, um anschließend frei weiter gleiten zu können. Entsprechend setzt sich die Verformungsbewegung aus einem schnell ablaufenden Gleitvorgang und einem langsam ablaufenden Klettervorgang zusammen. Für die Verformung sind der Leerstellenfluss und der korrespondierende Diffusionskoeffizient geschwindigkeitsbestimmend. Nach den theoretischen Modellen des kletterkontrollierten Versetzungskriechens, die auf Weertman *et al.* [83] zurückgehen, hängt die Kinetik der plastischen Verformung von der Spannung nach einem Potenzgesetz ab. Die Verformungsgeschwindigkeit lässt sich allgemein anhand der Beziehung

$$\dot{\gamma} \propto \frac{D_{\text{eff}} \cdot G \cdot b}{k_B \cdot T} \cdot \left(\frac{\tau}{G} \right)^n \quad (2.6)$$

beschreiben, wobei der Spannungsexponent n Werte zwischen 3 und 10 annimmt. Die Größe D_{eff} stellt den effektiven Diffusionskoeffizienten dar und drückt einen Wechsel des vorherrschenden Diffusionsmechanismus mit steigender Temperatur aus. Bis zu Temperaturen von $0,5$ bis $0,7T_g$ ist die Diffusion durch Versetzungskerne der dominierende Transportmechanismus. Bei höheren Temperaturen laufen die für den Klettervorgang der Stufenversetzungen erforderlichen Diffusionsströme hauptsächlich über das ungestörte Gittervolumen. Entsprechend ergibt sich der effektive Diffusionskoeffizient D_{eff} aus dem Koeffizienten für die reguläre Gitterdiffusion D_G und dem Koeffizienten für Versetzungskerndiffusion D_V :

$$D_{\text{eff}} = D_G + a_V \cdot \rho \cdot D_V. \quad (2.7)$$

Dabei ist ρ die Versetzungsdichte, welche gemäß Gl. (2.2) mit der Spannung quadratisch ansteigt, und a_V der effektive Querschnitt des Versetzungskernes ($a_V \approx 5 \cdot b^2$), in dem gegenüber der Matrixdiffusion erhöhte Diffusionsgeschwindigkeiten erreicht werden.

Übersteigt die Spannung Werte von etwa $10^{-3}G$, so wird die Dehnungsgeschwindigkeit zunehmend von dem Mechanismus des Versetzungsgleitens bestimmt. Dieser Übergang kann nicht mehr über ein einfaches Potenzgesetz abgebildet werden. Der Bereich wird daher als **power-law-breakdown** bezeichnet. Die Verformungsgeschwindigkeit lässt sich mit Hilfe eines empirischen Sinus-Hyperbolikus-Ansatzes genauer beschreiben:

$$\dot{\gamma} \propto \frac{D_{\text{eff}} \cdot G \cdot b}{k_B \cdot T} \cdot \left[\sinh \left(\alpha' \cdot \frac{\tau}{G} \right) \right]^n. \quad (2.8)$$

Dabei ist α' eine Materialkonstante. Gl. (2.8) eignet sich zur Beschreibung der Kinetik der Versetzungsbewegung sowohl im Bereich mittlerer Spannungen (Versetzungsklettern) als auch hoher Spannungen (Versetzungsgleiten). Ist das Material sehr niedrigen Spannungen ausgesetzt, wird die plastische Verformung durch diffusionskontrollierte Leerstellenwanderung dominiert. Dies wird als **Diffusionskriechen** bezeichnet. Für diesen Verformungsmechanismus spielt die Korngröße d_K eine entscheidende Rolle, weil Korngrenzen als Quellen und Senken für Leerstellen dienen. Ferner hängt die Dehnungsgeschwindigkeit im Bereich des Diffusionskriechens linear von der Spannung τ und von dem effektiven Diffusionskoeffizienten D_{eff} ab:

$$\dot{\gamma} \propto \frac{\tau \cdot \Omega}{k_B \cdot T \cdot d_K^2} \cdot D_{\text{eff}}. \quad (2.9)$$

Die Größe Ω stellt das Atomvolumen dar. Der effektive Diffusionskoeffizient ergibt sich aus der Überlagerung der Gitterdiffusion (D_G) und der Korngrenzendiffusion (D_{KG}) gemäß der Beziehung

$$D_{\text{eff}} = D_G + \frac{\pi \cdot \delta}{d_K} \cdot D_{KG}. \quad (2.10)$$

Dabei ist δ die effektive Korngrenzenbreite ($\delta \approx 2 \cdot b$). Mit Hilfe von Gln. (2.9) und (2.10) lässt sich das Feld des Diffusionskriechens in zwei Bereiche unterteilen, wie aus den schematischen Verformungsmechanismuskarten in Bild 2.14 und Bild 2.15 hervorgeht. Bei hohen Temperaturen oberhalb etwa $0,8 T_S$ dominiert die plastische Verformung infolge Gitterdiffusion. Dieser Mechanismus wird als Nabarro-Herring-Kriechen bezeichnet. Bei niedrigeren Temperaturen sind Korngrenzen die bevorzugten Wanderungswege der Leerstellen und Atome, weil die Aktivierungsenergie für Korngrenzendiffusion etwa halb so groß ist wie die für Gitterdiffusion. Das durch Korngrenzendiffusion dominierte Diffusionskriechen wird als Coble-Kriechen bezeichnet.

2.2.2 Besonderheiten der plastischen Verformung ferritischer Werkstoffe

Die im vorherigen Abschnitt gezeigten schematischen Verformungsmechanismuskarten spiegeln das typische Verformungsverhalten kubisch-flächenzentrierter (kfz) Metalle wider. Ferritische Werkstoffe können ein davon abweichendes Verhalten aufweisen, welches einerseits auf den Eigenschaften der kubisch-raumzentrierten (krz) Gitterstruktur und andererseits auf temperaturabhängigen Umwandlungen beruht.

Die Besonderheiten der plastischen Verformung ferritischer Werkstoffe lassen sich mit Hilfe der Verformungsmechanismuskarte für reines Eisen veranschaulichen, die in der Auftragung

der normierten Schubspannung über der homologen Temperatur in **Bild 2.16** gezeigt ist. Bei niedrigen Temperaturen unterhalb etwa $0,2 T_S$ ist die Verformung im Bereich des Versetzungsgleitens durch thermisch aktivierbare Elementarprozesse der Versetzungsbewegung bestimmt. Diese führen zu einem signifikanten Anstieg der Fließgrenze mit fallender Temperatur (bei konstanter Dehnrates) bzw. mit steigender Dehnrates (bei konstanter Temperatur), wie aus dem mit „A“ gekennzeichneten Bereich in Bild 2.16 hervorgeht. Dieses Verhalten ist auf die thermisch aktivierbare Überwindung von periodischen bzw. diffusen Hindernissen zur Versetzungsbewegung wie die Gitterreibung (Peierls-Spannung) zurückzuführen. Bei niedrigen Temperaturen bzw. hohen Dehnrates werden Schraubenversetzungen in krz-Metallen nur unter der Wirkung einer äußeren Spannung gleitfähig und bewegen sich durch die thermisch aktivierte Bildung und Ausbreitung von Doppelkinken [84, 85].

Für den in dieser Arbeit zu untersuchenden ferritischen nichtrostenden Stahl können die oben genannten thermisch aktivierbaren Vorgänge vom Peierls-Typ die Festigkeit und das Verformungsverhalten auf nicht vernachlässigbarer Weise beeinflussen. Verschiedene ferritische nichtrostende Blechwerkstoffe wurden in [86] hinsichtlich des Dehnrateneinflusses bei niedriger Temperatur untersucht. Es ließ sich dabei auf Basis von Zugversuchen bei 250 und 300 K und bei sehr hohen Dehnrates von bis zu 200 s^{-1} zeigen, dass auch diese Werkstoffklasse eine ausgeprägte Temperatur- und Dehnratesabhängigkeit der Fließspannung im Bereich der Niedertemperaturplastizität besitzt (**Bild 2.17**).

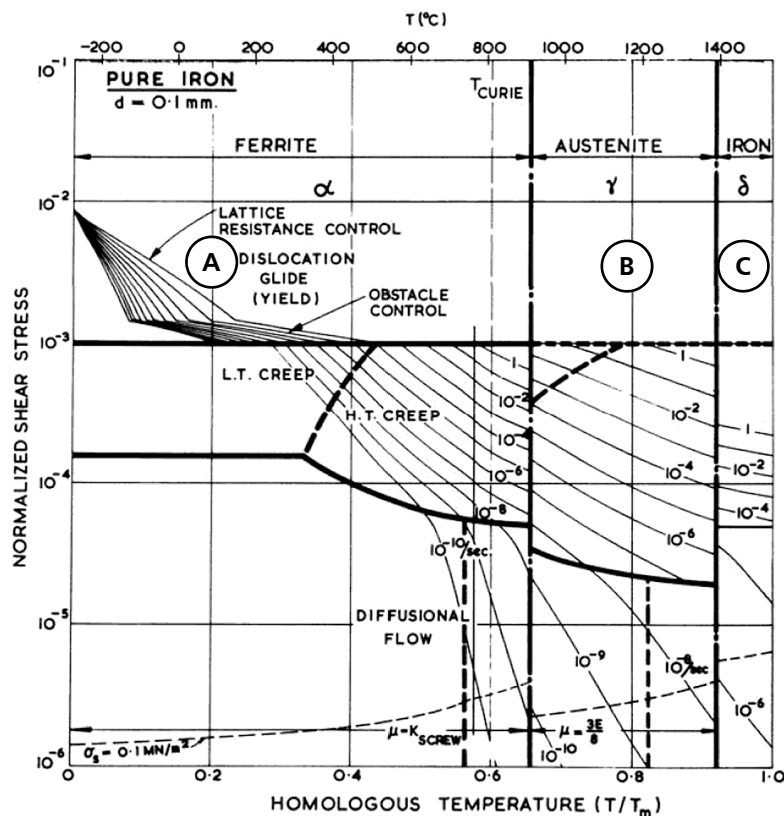


Bild 2.16: Verformungsmechanismuskarte für reines Eisen, Korngröße $d = 100 \text{ µm}$ [87]

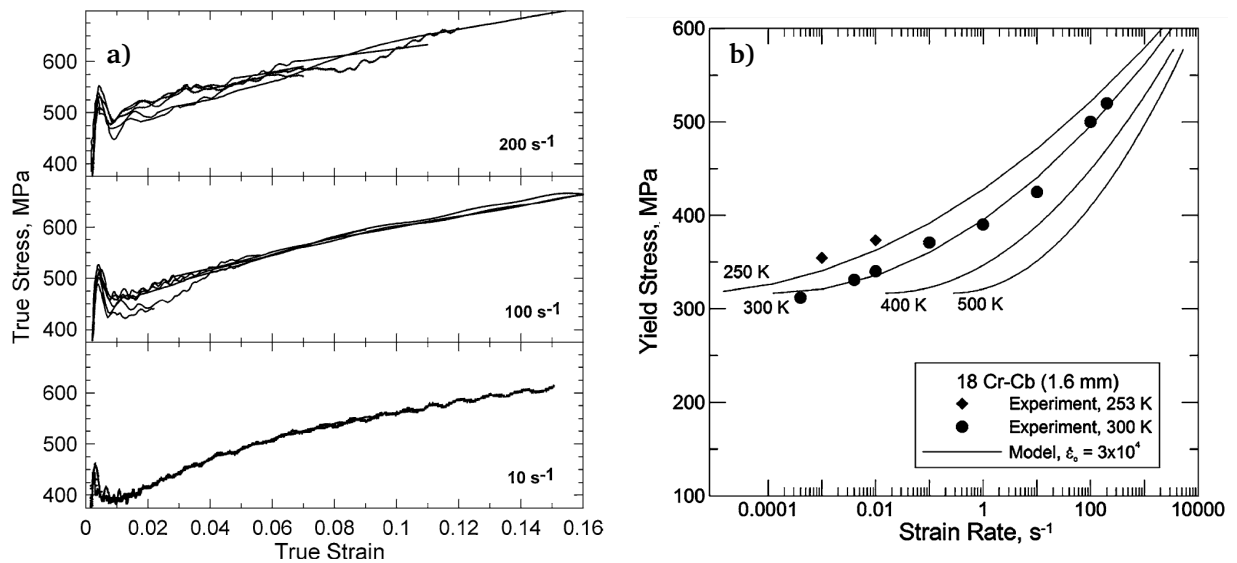


Bild 2.17: Zum Einfluss der Dehnrates und der Temperatur auf die Fließspannung von ferritischen nichtrostenden Blechwerkstoffen im Bereich der Niedertemperaturplastizität am Beispiel eines 18 % Cr-Stahls vom Typ 18 Cr-Cb. Wahre Spannungs-Dehnungs-Kurven bei 300 K und sehr hohen Dehnraten (a). Vergleich zwischen der experimentell ermittelten und der modellierten Dehnratenabhängigkeit der 0,2%-Dehngrenze (b) [86]

Wie oben erwähnt sind weitere Besonderheiten der plastischen Verformung ferritischer Werkstoffe auf temperaturabhängige Umwandlungen zurückzuführen. Am Beispiel des reinen Eisens zeigen die Iso-Dehnraten sowie die Grenzen der Potenzgesetz- und Diffusionskriechbereiche in Bild 2.16 scharfe Diskontinuitäten aufgrund der allotropen Umwandlung von α -Eisen (krz) auf γ -Eisen (kfz) bei 911 °C und von γ -Eisen auf δ -Eisen (krz) bei 1381 °C (Bereiche „B“ und „C“). Die Ursache liegt in der scharfen Änderung von physikalischen Eigenschaften wie Gitterparameter, Burgers-Vektorbetrag, Schubmodul sowie von den Koeffizienten für Gitter-, Versetzungskern- und Korngrenzendiffusion [79]. Für den in dieser Arbeit zu untersuchenden Werkstoff 1.4509 sind allotrope Phasenumwandlungen jedoch nicht relevant, da aufgrund des hohen Chromgehaltes von etwa 18 wt % keine α/γ -Phasenumwandlung stattfindet und der Zustand bis zur Schmelztemperatur ferritisch bleibt (Abschnitt 2.1.1).

In ferritischen Werkstoffen findet ferner eine **magnetische Umwandlung** bei der sogenannten Curie-Temperatur statt. Diese liegt für reines Eisen bei 770 °C und nimmt in binären Fe-Cr-Legierungen mit steigendem Cr-Gehalt ab, wie dem Gleichgewichts-Phasendiagramm in Bild 2.1 zu entnehmen ist.

Ein Einfluss der magnetischen Umwandlung auf das plastische Verformungsverhalten ist auf indirekter Weise auf die Temperaturabhängigkeit des Diffusionskoeffizienten zurückzuführen (Bild 2.18a). Dieser zeigt eine scharfe Änderung beim Überschreiten der Curie-Temperatur und nimmt einen deutlich höheren Wert an als welcher durch Extrapolation aus niedrigeren Temperaturen zu erwarten wäre. Die Temperaturabhängigkeit lässt sich mit Hilfe eines Arr-

henius-Gesetzes und einer konstanten Aktivierungsenergie nicht richtig beschreiben. Experimentell lässt sich eine temperaturabhängige Aktivierungsenergie für Diffusion – und entsprechend auch für Kriechen – in Fe und Fe-Cr-Legierungen beobachten [79, 88, 89].

Neben dem Diffusionskoeffizienten weisen auch physikalische Eigenschaften wie der thermische Ausdehnungskoeffizient und die elastischen Konstanten (**Bild 2.18b**) eine ungewöhnliche Temperaturabhängigkeit bei Annäherung an den Curie-Punkt auf [90, 91, 92].

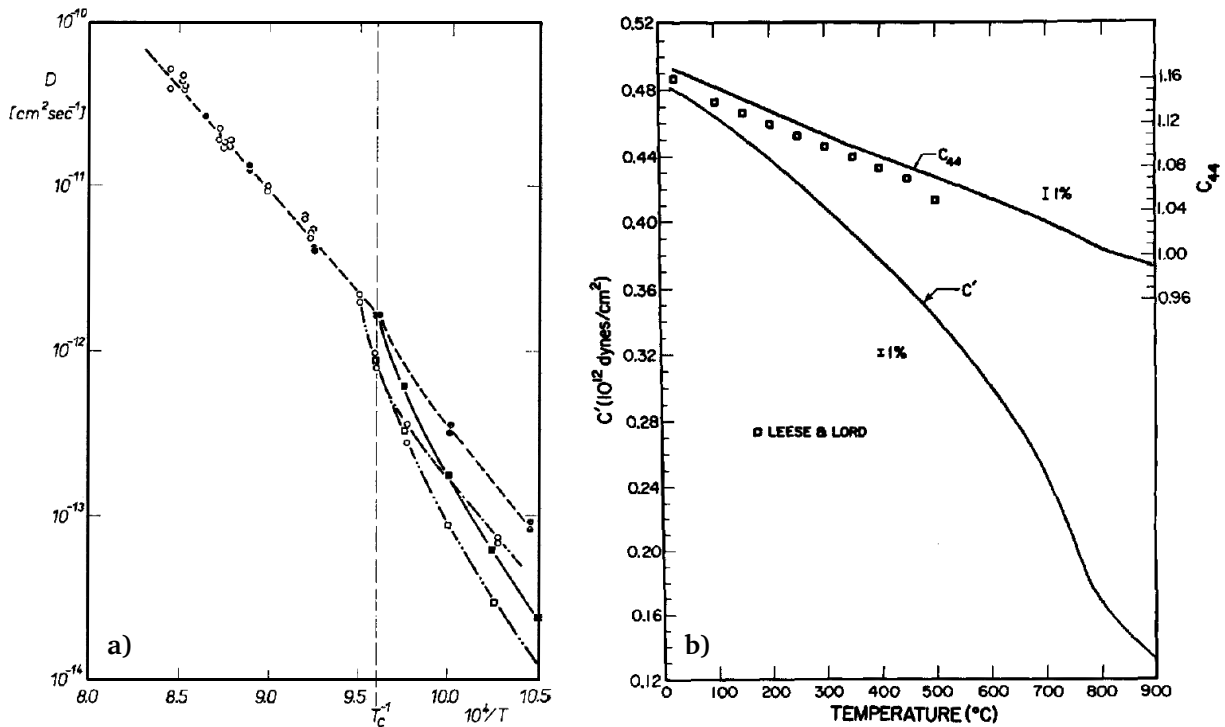


Bild 2.18: Einfluss der magnetischen Umwandlung auf die Temperaturabhängigkeit des Koeffizienten für Gitterselbstdiffusion D [88] (a) und der unabhängigen elastischen Konstanten $c' = (c_{11}-c_{12})/2$ und c_{44} [92] (b) von α -Eisen

2.2.3 Reckalterung

Das Phänomen der Reckalterung bezeichnet eine zeit- und temperaturabhängige Änderung der Eigenschaften homogener metallischer Legierungen. Die mikromechanische Ursache der Reckalterung beruht auf die Wechselwirkung von mobilen Gleitversetzungen mit interstitiell oder substitutionell gelösten Legierungsatomen. Diese Fremdatome sind nicht in Ruhe, sondern vollziehen eine Diffusionsbewegung in Richtung der Versetzungen und treten diesen als Hindernisse entgegen. Die Beweglichkeit der Fremdatome geht mit deren temperaturabhängigen Diffusionskoeffizienten einher.

Nach [93] ist das Ausmaß und die Erscheinungsform der Reckalterung von der Kristallstruktur der Legierung, der Alterungszeit, der Alterungstemperatur sowie der Art und Einbettung der Fremdatome bestimmt. In Stählen sind in der Regel die Elemente Kohlenstoff und Stickstoff an dem Prozess der Reckalterung beteiligt. Diese interstitiellen Elemente besitzen eine deutlich höhere Diffusivität als Substitutionselemente und können Alterungseffekte bei relativ niedrigen Temperaturen und kurzen Haltezeiten bewirken [94].

Der Reckalterungsprozess kann nach oder während plastischer Verformung ablaufen. Entsprechend werden zwei Formen der Reckalterung unterschieden: die statische Reckalterung (engl. *static strain ageing*, SSA) und die dynamische Reckalterung (engl. *dynamic strain ageing*, DSA).

2.2.3.1 Statische Reckalterung

Bei statischer Reckalterung findet der Alterungsprozess in einem Werkstoff statt, der oberhalb der Streckgrenze belastet und im Anschluss an der Entlastung für eine bestimmte Zeitdauer bei einer erhöhten Temperatur ausgelagert wird. Die Auslagerung führt zu einer Verfestigung, die aus der Diffusion von Fremdatomen zu den Versetzungen, die während der plastischen Vordehnung generiert wurden, resultiert.

Die Auswirkung der statischen Reckalterung auf die mechanischen Eigenschaften ist schematisch an der Spannungs-Dehnungs-Kurve eines normalisierten Stahls in **Bild 2.19** gezeigt. Kurve A stellt das normale Verhalten unter Zugbeanspruchung bei Raumtemperatur nach Überschreiten der Streckgrenze und der inhomogenen Lüders-Deformation dar. Eine Entlastung bei einer bestimmten plastischen Dehnung (Punkt X) und eine sofortige Belastung liefert Kurve B, die typische Spannungs-Dehnungs-Kurve des vorgedehnten Materials, bei der die obere und untere Streckgrenze nicht mehr ersichtlich sind. Wenn jedoch nach einer Entlastung die Probe für eine bestimmte Zeit einer erhöhten Temperatur ausgesetzt wird (Punkt Y), ist nach der erneuten Zugbelastung bei Raumtemperatur (Kurve C) eine Wiederherstellung

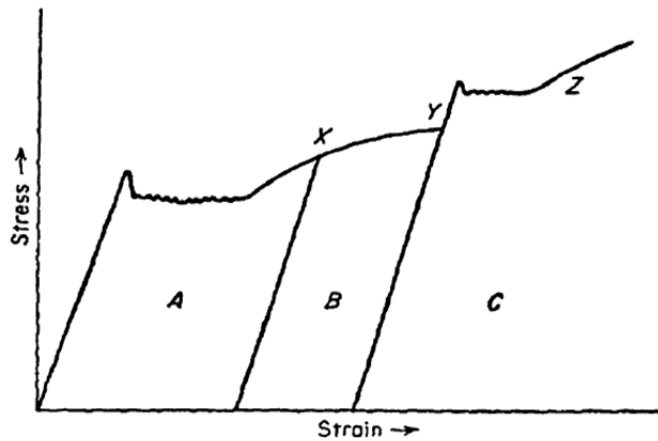


Bild 2.19: Statische Reckalterung im Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines normalisierten Stahls (schematisch, nach [95])

der ausgeprägten Streckgrenze und der Lüders-Deformation sowie eine Erhöhung der Streckgrenze im Vergleich zum vorgedehnten Werkstoffzustand um einen Betrag $\Delta\sigma^{\text{SSA}}$ zu beobachten. Weitere Auswirkungen der statischen Reckalterung auf die mechanischen Eigenschaften können eine Erhöhung der Zugfestigkeit und eine Verminderung der Duktilität sein.

Nach [96] lassen sich drei mikromechanische Prozesse zur Erklärung der statischen Reckalterung unterscheiden:

- der **Snoek-Effekt**, dem eine spannungsinduzierte Umordnung gelöster Atome im Spannungsfeld der Versetzungen zugrunde liegt [97],
- die **Cottrell-Wolkenbildung**, die mit der Entstehung von Fremdatomwolken um Versetzungen verbunden ist [98, 99] und
- die **Ausscheidungsverfestigung**, die durch die Ausscheidung der Fremdatome unter Bildung von Karbiden und Nitriden an Versetzungen nach Erreichen eines Sättigungswertes der Fremdatomkonzentration verursacht wird.

Der Verfestigungsmechanismus der Cottrell-Wolkenbildung liefert den wesentlichen Beitrag zur Spannungserhöhung $\Delta\sigma^{\text{SSA}}$. Die Zeit- und Temperaturabhängigkeit der Fremdatomwolkenbildung kann im Bereich kurzer Alterungszeiten mit Hilfe der Cottrell-Bilby-Theorie [99] beschrieben werden. Demnach gilt für die zeitliche Änderung der effektiven lokalen Konzentration C^i (auch volumenbezogene Teilchenzahl oder Teilchendichte genannt) von Fremdatomen der Sorte i , die die Versetzungsbewegung verhindern, die Beziehung

$$\frac{dC^i}{dt} \propto C_0^i \rho \left(\frac{BD^i}{k_B T} \right)^{2/3} t_a^{-1/3}. \quad (2.11)$$

Dabei ist C_0^i die anfängliche Konzentration der in der Matrix gelösten Fremdatome, C^i die Konzentration der ausgeschiedenen Fremdatome, ρ die Versetzungsdichte, k_B die Boltz-

mann-Konstante, t_a und T jeweils die Alterungszeit und -temperatur, B ein Wechselwirkungsparameter, der für Kohlenstoff und Stickstoff in Eisen Werte zwischen $1,4 \cdot 10^{-20}$ und $3,0 \cdot 10^{-20}$ Pa annimmt, und D^i der Diffusionskoeffizient der gelösten Fremdatome, der einer Arrhenius-Beziehung der Form

$$D^i = D_0^i \exp \left(- \frac{Q^i}{k_B T} \right) \quad (2.12)$$

folgt. Der präexponentielle Faktor D_0^i und die Aktivierungsenergie für Diffusion Q^i stellen materialspezifische Konstanten dar. Integration von Gl. (2.11) mit der Randbedingung $C^i(t=0) = 0$ liefert für die Konzentration der nach einer Alterungszeit t_a ausgeschiedenen Fremdatome die Beziehung

$$C^i(t_a) \propto C_0^i \rho \left(\frac{B D^i t_a}{k_B T} \right)^{2/3}. \quad (2.13)$$

Wie zuvor erwähnt sind Gln. (2.11) und (2.15) nur für kurze Alterungszeiten anwendbar. Infolge der Abnahme der Konzentration gelöster Fremdatome und der Wechselwirkung zwischen benachbarten Fremdatomwolken nimmt die Ausscheidungsrate schneller ab als Gl. (2.11) bei langen Alterungszeiten ergeben würde (Harper [100], Louat [101]). Eine Verallgemeinerung der Cottrell-Bilby-Theorie, in der eine Sättigung des Alterungsprozesses bei langen Alterungszeiten berücksichtigt wird, stellt die Beziehung

$$f_N(t_a) = 1 - \exp \left(- \beta' \rho \left(\frac{B D^i t_a}{k_B T} \right)^{2/3} \right) \quad (2.14)$$

dar [102]. Dabei ist β' eine weitere Werkstoffkonstante. Die Größe f_N ist der Anteil der in der Alterungszeit t_a an Versetzungen ausgeschiedenen Fremdatome.

Die Zeit- und Temperaturabhängigkeit der Festigkeitssteigerung infolge statischer Reckalterung, $\Delta \sigma^{SSA}$, lässt sich unter der Annahme einer Proportionalität zum Teilchenzahlanteil f_N beschreiben:

$$\Delta \sigma^{SSA} = \Delta \sigma_{\max}^{SSA} \cdot f_N(t_a). \quad (2.15)$$

Dabei stellt $\Delta \sigma_{\max}^{SSA}$ der Sättigungswert des Spannungszuwachses dar [65].

Die in einer Vielzahl von Untersuchungen [96, 103, 104] experimentell ermittelte Abhängigkeit des Spannungszuwachses infolge statischer Reckalterung, $\Delta \sigma^{SSA}$, von der plastischen Vorverformung ist implizit durch die Berücksichtigung der Versetzungsdichte ρ in Gl. (2.14) gegeben.

2.2.3.2 Dynamische Reckalterung

Dynamische Reckalterung erfolgt während eines plastischen Verformungsprozesses. Die mikromechanische Ursache ist – wie bei der statischen Reckalterung – die Bildung von Fremdatomwolken um Versetzungen, die deren Bewegungswiderstand erhöhen und somit zu einer zusätzlichen Verfestigung führen. Auf das Phänomen der dynamischen Reckalterung wirken sich nicht nur die Temperatur und damit die Diffusionsgeschwindigkeit der blockierenden Fremdatome aus, sondern auch die Bewegungsgeschwindigkeit der Versetzungen. Aus diesem Grund ergibt sich der Bereich des Auftretens dynamischer Reckalterung aus einer bestimmten Kombination von Temperatur- und Verformungsgeschwindigkeit. Dieses Verhalten veranschaulichen die schematischen Spannungs-Temperatur- und Spannungs-Dehnraten-Diagramme in **Bild 2.20**, welche das typische Erscheinungsbild der dynamischen Reckalterung in einem unlegierten krz-Stahl darstellen. Die gestrichelten Kurven repräsentieren den Verlauf der Spannung bei einer konstanten (plastischen) Dehnung ε^p für den theoretischen Fall unbeweglicher Fremdatome, die bei konstanter (plastischer) Dehnungsgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}^p$ mit steigender Temperatur T stetig abfällt (Bild 2.20a) und bei konstanter Temperatur mit steigender Dehnungsgeschwindigkeit stetig anwächst (Bild 2.20b). Der reale Werkstoff, in dem es eine Wechselwirkung zwischen gelösten Fremdatomen und Versetzungen stattfinden kann, zeigt im Temperaturbereich dynamischer Reckalterung eine höhere Spannung im Vergleich zum fiktiven Material mit unbeweglichen Fremdatomen (durchgezogene Linie in Bild 2.20a). Bei Temperaturen unterhalb der Minimaltemperatur reicht die thermische Energie nicht aus, um eine Diffusionsbewegung der Fremdatome in Richtung der gleitenden Versetzungen hervorzurufen. Die Fremdatome sind unbeweglich im Vergleich zu den gleitenden Versetzungen und hindern ihre Bewegung nicht. Andererseits findet oberhalb der Maximaltemperatur eine

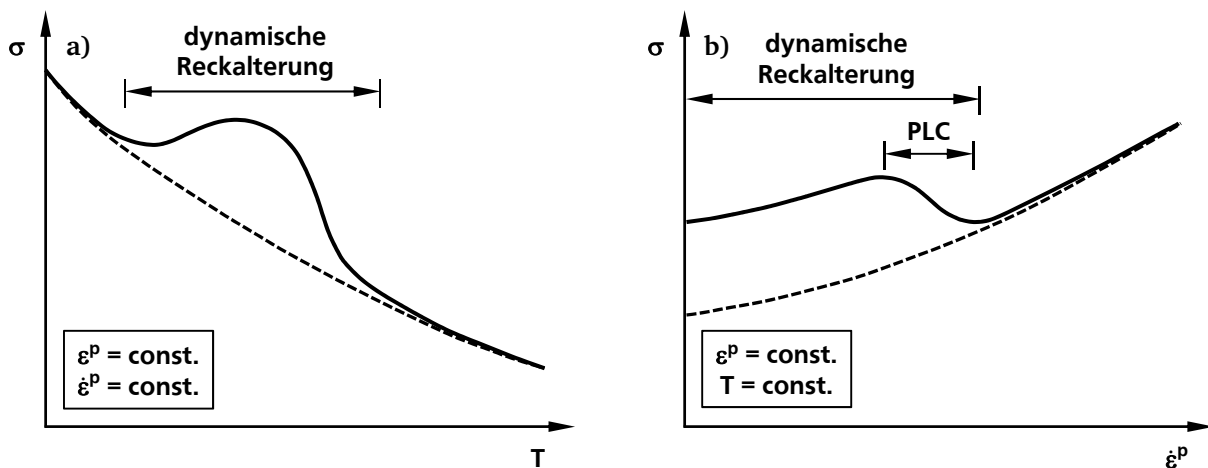


Bild 2.20: Einfluss der Temperatur (a) und der plastischen Dehnungsgeschwindigkeit (b) auf die Fließspannung beim Auftreten dynamischer Reckalterung (schematisch, nach [93])

zunehmend ungerichtete Diffusion statt und die Fremdatome verteilen sich weitgehend gleichmäßig in der Matrix. Ferner ist die thermische Beweglichkeit der Fremdatome im oberen Temperaturbereich hoch gegenüber der Versetzungsgeschwindigkeit, so dass praktisch keine Rückhaltekraft mehr auf die gleitenden Versetzungen ausgeübt wird. Dynamische Reckalterung tritt somit erst bei einer Annäherung von Versetzungs- und Diffusionsgeschwindigkeit der Fremdatome auf.

Die Dehnungsgeschwindigkeitsabhängigkeit der Spannung bei konstanter Temperatur (durchgezogene Linie in Bild 2.20b) zeigt, dass im unteren Geschwindigkeitsbereich ein zunächst anwachsender, dann aber kontinuierlich verschwindender Spannungsanteil überlagert ist. Es ist ein Bereich mit abnehmender Spannung bei steigender Dehnungsgeschwindigkeit zu beobachten. In diesem Bereich kann die Dehnungsgeschwindigkeitsverfestigung $\partial\sigma/\partial\dot{\epsilon}^p$, die normalerweise positiv ist, abnehmen und sogar negativ werden, was nach van den Beukel [105] die Bedingung für das Auftreten des sogenannten Portevin-Le Châtelier-Effekts (kurz: PLC-Effekt) liefert. Dieser bezeichnet die inhomogene bzw. instabile plastische Verformung, welche sich im Spannungs-Dehnungs-Diagramm in einem „sägezahnförmigen“ bzw. gezackten Verlauf der Fließkurve äußert (**Bild 2.21**). Demzufolge tritt der PLC-Effekt in einem Teilbereich innerhalb des Temperatur- und Dehnungsgeschwindigkeitsgebiets der dynamischen Reckalterung auf [105, 106].

In den ersten Modellvorstellungen zur quantitativen Beschreibung von dynamischen Reckalterungsprozessen, die auf Cottrell [107] zurückgehen, wurde von einem viskosen Gleiten der

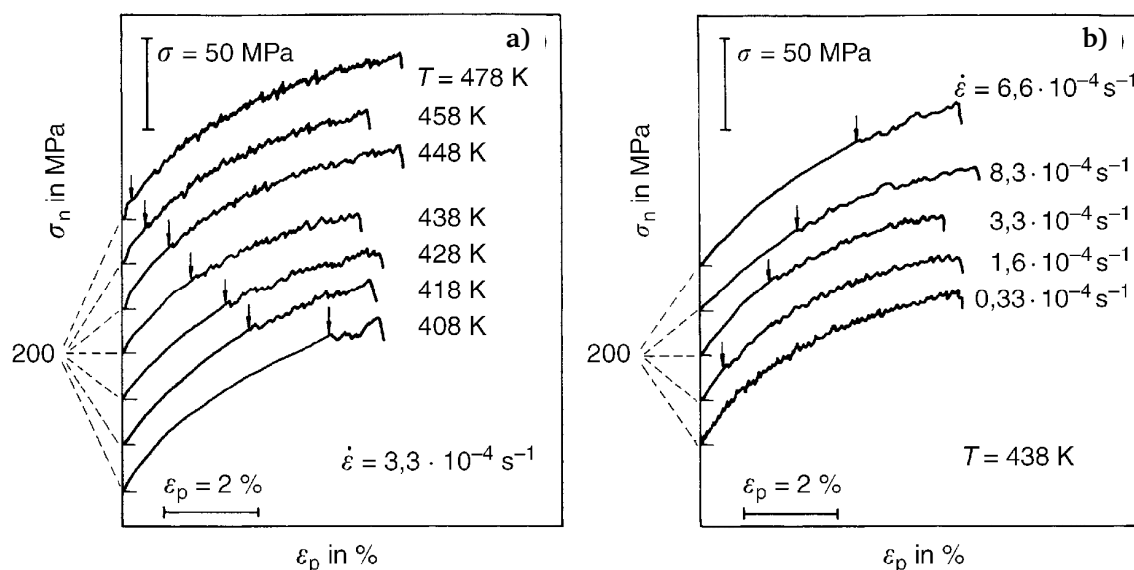


Bild 2.21: Instabile plastische Verformung (PLC-Effekt) am Beispiel von Spannungs-Dehnungs-Kurven eines ferritischen Gusseisens vom Typ EN-GJV-300 bei verschiedenen Temperaturen (a) und verschiedenen Dehnungsgeschwindigkeiten (b). Ordinatenaßstab der Kurven versetzt [108]

Versetzungen ausgegangen. Dabei galt die Annahme, dass Fremdatomwolken sich an Versetzungen während ihrer Bewegung bilden und dass diese von den auf die Versetzungen wirkenden Spannungen wie Bremsklötze mitgeschleppt werden. Daher wird das Modell nach Cottrell als *solute drag model* bezeichnet. Um Inkonsistenzen hinsichtlich einer zu niedrigen Diffusionsgeschwindigkeit der Fremdatome, was insbesondere Substitutionslegierungen betrifft, zu beheben, wurde eine Abhängigkeit des Diffusionskoeffizienten von der plastischen Dehnung einbezogen. Diese Abhängigkeit geht damit einher, dass die Diffusion von Substitutionsatomen durch die Erhöhung der Leerstellenkonzentration infolge plastischer Verformung gesteigert wird. In späteren Modellabwandlungen (McCormick [109], van den Beukel [105]), wurden die Vorstellungen von Cottrell in die Theorie thermisch aktivierter Verformungsprozesse eingebunden, wodurch sich die Abhängigkeit der Fließspannung von der Verformungsgeschwindigkeit, der Temperatur und der plastischen Dehnung quantitativ beschreiben lässt. Weiterhin berücksichtigen diese Modelle die Tatsache, dass die Bewegung von Versetzungen ein diskontinuierlicher Prozess ist. Eine Versetzung trifft ein Hindernis auf ihrer Gleitebene und wartet eine bestimmte Zeit t_w , bis das Hindernis – möglicherweise mit Hilfe thermischer Aktivierung – überwunden wird. Dann gleitet die Versetzung mit hoher Geschwindigkeit weiter, bis das nächste Hindernis angetroffen wird. In diesen neueren Modellvorstellungen erfolgt die „Alterung“ der Versetzungen während der Wartezeit t_w , welche umgekehrt-proportional zur Verformungsgeschwindigkeit ist. Die Versetzungen sind von den Fremdatomwolken vor den Hindernissen „gefangen“, weshalb solche Modelle als *arrest models* bezeichnet werden.

Für praktische Anwendungen ist insbesondere die Bewertung der kritischen plastischen Dehnung ε_c^p für das Einsetzen instabiler plastischer Verformung von Interesse. Die kritische plastische Dehnung hängt von der Temperatur und der Verformungsgeschwindigkeit ab, wie die Fließkurven in Bild 2.21 beispielhaft zeigen. Unabhängig von den oben beschriebenen Modellvorstellungen lässt sich eine allgemeine Beziehung für die kritische plastische Dehnung ε_c^p für das Auftreten des PLC-Effekts angeben, welche im Folgenden vorgestellt wird.

Der Effekt der dynamischen Reckalterung tritt besonders ausgeprägt auf, wenn die Diffusionsgeschwindigkeit v_D der Atome, die proportional dem Diffusionskoeffizienten D nach Gl. (2.12) ist, ungefähr mit der mittleren Geschwindigkeit der Gleitversetzungen \bar{v} übereinstimmt, so dass

$$\bar{v} \approx v_D \propto D. \quad (2.16)$$

In einem Verformungsprozess, in dem eine bestimmte plastische Dehnungsgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}^p$ von einer verfügbaren Dichte gleitfähiger (mobiler) Versetzungen ρ_m durch Versetzungsglei-

ten aufrechtzuerhalten ist, lässt sich für die plastische Dehnungsgeschwindigkeit gemäß Gl. (2.1) die Beziehung

$$\dot{\epsilon}^p \propto \rho_m \bar{v} \quad (2.17)$$

schreiben [108, 110]. Leerstellen, die während plastischer Verformung – bezogen auf das thermische Gleichgewicht – übermäßig generiert werden, fördern die Diffusion von Substitutionsatomen. Daher lässt sich für den Diffusionskoeffizienten

$$D \propto C_v \quad (2.18)$$

schreiben. Dabei stellt C_v die Leerstellenkonzentration dar. Sowohl die Versetzungsdichte als auch die Leerstellenkonzentration nehmen mit der plastischen Dehnung zu. Die Abhängigkeit lässt sich phänomenologisch mit Hilfe der Potenzgesetze

$$\rho_m \propto (\epsilon^p)^\beta \quad (2.19)$$

und

$$C_v \propto (\epsilon^p)^m \quad (2.20)$$

beschreiben [110, 111]. Auf Basis von Gln. (2.12) und (2.16) bis (2.20) lässt sich der Zusammenhang zwischen der Temperatur, der plastischen Dehnrates und der kritischen plastischen Dehnung durch die Beziehung

$$\dot{\epsilon}^p \propto (\epsilon_c^p)^{m+\beta} \cdot \exp\left(-\frac{Q^i}{k_B T}\right) \quad (2.21)$$

ausdrücken. Gl. (2.21) gilt zur Bewertung des Einsetzens instabiler plastischer Verformung sowohl bei Substitutions- als auch bei Interstitutionsmischkristallen. Typische Werte für den Dehnungsexponenten $(m+\beta)$ bei Substitutionsmischkristallen liegen zwischen 2 und 3. Bei Interstitutionsmischkristallen, bei denen der Einfluss der Leerstellenkonzentration nicht einbezogen wird ($m = 0$), nimmt β Werte zwischen 0,5 und 1 an [110]. Mit Hilfe von Gl. (2.21) lässt sich ferner die Aktivierungsenergie für das Auftreten des PLC-Effekts auf Basis experimenteller Daten bewerten. Dabei kann die Aktivierungsenergie Q aus der Steigung einer an Messdaten angepassten Gerade im $(\ln \epsilon_c^p; 1/T)$ -Diagramm bei einer konstanten Dehnrates ermittelt werden: $Q = \text{Steigung} \cdot (m+\beta) \cdot k_B$. Alternativ lässt sich die Aktivierungsenergie aus der Steigung im $(\ln \dot{\epsilon}^p; 1/T)$ -Diagramm ermitteln, $Q = \text{Steigung} \cdot k_B$, wobei die Werte der plastischen Dehnrates bei festen Werten der kritischen plastischen Dehnung aus der Auftragung $(\ln \dot{\epsilon}^p; \ln \epsilon_c^p)$ zu bestimmen sind [112, 113, 114, 115, 116].

Der Temperatur- und Dehnratenbereich der dynamischen Reckalterung wird in einer Vielzahl von wissenschaftlichen Arbeiten [112, 117, 118, 119, 120] anhand einer verallgemeinerten Arrhenius-Funktion basierend auf Gl. (2.21) bewertet. Allgemein lässt sich diese als

$$\dot{\epsilon}^p = \dot{\epsilon}_0^p \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R \cdot T}\right) \quad (2.22)$$

schreiben. Bei einer bestimmten Temperatur werden auf Basis von Warmzugversuchen, die in einem weiten Dehnratenbereich durchgeführt werden, sogenannte charakteristische Dehnraten für das Einsetzen und Verschwinden des dynamischen Reckalterungseinflusses sowie für das Maximum an Festigkeitssteigerung infolge dynamischer Reckalterung identifiziert. Darauf basierend werden mit Hilfe von Gl. (2.22) die zugehörigen (scheinbaren) Aktivierungsenergien aus der Arrhenius-Auftragung ($\ln \dot{\epsilon}^p$; $1/T$) bzw. ($\ln (\dot{\epsilon}^p \cdot T)$; $1/T$) ermittelt (**Bild 2.22**). Dabei wird der Vorfaktor $\dot{\epsilon}_0^p$ (auch Frequenzfaktor genannt) in Gl. (2.22), welcher strenggenommen – und je nach Modellvorstellung und Reckalterungsmechanismus – von verschiedenen Größen wie die Versetzungsdichte, die Leerstellen- und Fremdatomkonzentration und die Temperatur abhängt [121], der Einfachheit halber entweder als konstant oder nur als temperaturabhängig angenommen. Mit Hilfe der sogenannten **charakteristischen Aktivierungsenergien** lassen sich die Bedingungen – das heißt Temperatur und Dehnrate – des Reckalterungsprozesses eingrenzen. Werte für die charakteristische Aktivierungsenergie beim Einsetzen des PLC-Effekts liegen typischerweise im Bereich der Aktivierungsenergie für die Diffusion der blockierenden Fremdatome, welche im Falle der interstitiellen Elemente (C und N) in α -Ferrit bei etwa 80 kJ/mol liegt [122]. Die Aktivierungsenergie für das Verschwinden des PLC-Effekts ist in Verbindung mit der Summe von Aktivierungsenergie für Diffusion und Bindungsenergie zwischen Fremdatomen und Versetzungen gebracht worden. Beispielsweise liegt die Bindungsenergie zwischen C-Atomen und Versetzungen in α -Ferrit im Bereich von 70 kJ/mol, so dass sich eine Aktivierungsenergie für das Verschwinden des PLC-Effekts in diesem System zu etwa (80 + 70) kJ/mol bzw. 150 kJ/mol ergibt [119]. Es ist anzumerken, dass die Aktivierungsenergie, die das Ende des PLC-Effekts charakterisiert, mit derjenigen Energie übereinstimmt, bei der der dynamische Reckalterungsprozess eine maximale Fließspannungserhöhung hervorruft (vgl. Bild 2.20b).

In Stählen, die Elemente wie Mn, Mo, Cr, Ti oder Nb enthalten, werden in der Regel höhere Werte der charakteristischen Aktivierungsenergien im Vergleich zu α -Ferrit ermittelt. Dies ist darin begründet, dass die interstitiellen Elemente C und N eine Affinität zu den oben genannten Substitutionselementen zeigen und zur Bildung von substitutionellen-interstitiellen Cluster (kurz: s-i-Cluster) neigen. Demzufolge ist die Mobilität von interstitiellen Atomen in s-i-Cluster reduziert, wodurch der Bereich des Auftretens dynamischer Reckalterung zu höheren

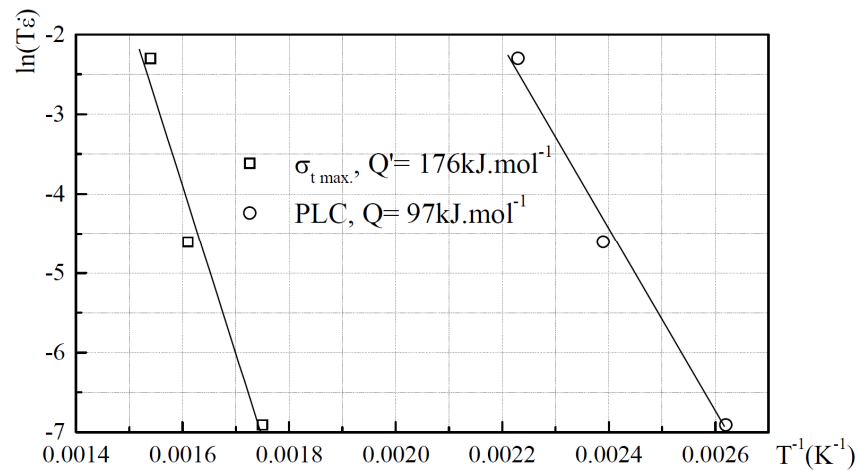


Bild 2.22: Zur Ermittlung der charakteristischen Aktivierungsenergie für das Einsetzen des PLC-Effekts, Q , und für das Maximum an Zugfestigkeitssteigerung infolge dynamischer Reckalterung, Q' , am Beispiel eines mikrolegierten Strukturstahls [117]

Temperaturen – und entsprechend höheren Werten der Aktivierungsenergie – hin verschoben wird [117, 119, 123]. In ferritischen nichtrostenden Stählen sind die Bedingungen für das Auftreten dynamischer Reckalterung insbesondere durch die Wechselwirkung zwischen (C+N)- und Cr-Atomen beeinflusst, was im Folgenden näher erläutert wird.

2.2.3.3 Reckalterung in ferritischen nichtrostenden Stählen

Trotz des geringen Anteils frei beweglicher Zwischengitteratome in stabilisierten ferritischen Stählen lässt sich eine Anfälligkeit für statische Reckalterung experimentell belegen [124, 125, 126]. Untersuchungen von plastisch vorverformten und thermisch ausgelagerten Proben bei Temperatur bis 300 °C zeigen, dass eine ausgeprägte Streckgrenze wiederhergestellt wird (**Bild 2.23a**), und dass sowohl die Lüdersdehnung als auch die Streckgrenze mit der Auslagerungszeit und Temperatur zunehmen (**Bild 2.23b**).

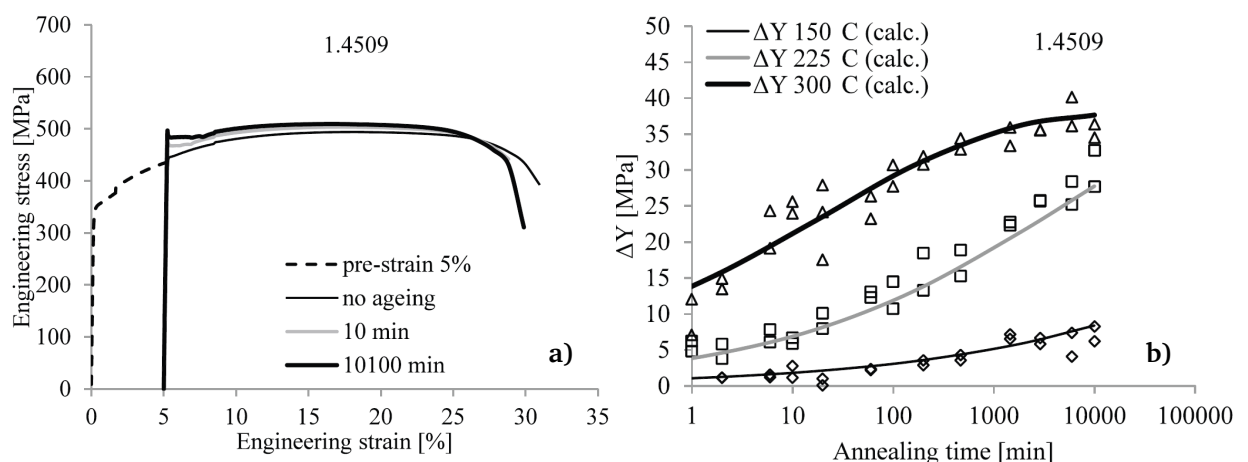


Bild 2.23: Statische Reckalterung in ferritischen nichtrostenden Stählen am Beispiel des Werkstoffes 1.4509. Wiederkehr der Lüders-Deformation nach einer plastischen Vorverformung von 5 % und anschließender Auslagerung bei 300 °C (a). Zunahme der Streckgrenzenänderung ΔY mit der Auslagerungszeit bei 150, 225 und 300 °C (b)

Wie im Abschnitt 2.1.3.3 beschrieben, findet in Cr-reichen ferritischen Stählen eine Wechselwirkung zwischen den Mechanismen der Reckalterung und der α - α'_{Cr} -Entmischung statt. Dabei lässt sich im Grunde feststellen, dass die Diffusion von Zwischengitteratomen während des Reckalterungsprozesses die Ausscheidung der α'_{Cr} -Phase begünstigt. Die beschleunigende Wirkung der interstitiellen Elemente beruht – wie oben erwähnt – auf ihrer Affinität zu Cr und der damit einhergehenden Neigung zur Bildung von s-i-Cluster. Dadurch werden Cr-reiche Zonen stabilisiert, die als Keime für die α'_{Cr} -Phasen-Ausscheidung wirken [56, 67].

Golovin *et al.* [71, 72] untersuchten den Alterungsprozess in hochchromhaltigen ferritischen Stählen mit Cr-Gehalten zwischen 15 und 35 wt % und bei Temperaturen von 450 bis 650 °C. Auf Basis von Messungen der inneren Reibung, Neutronen-Kleinwinkelstreuung, Messungen der mechanischen Eigenschaften (u. a. Härte und Schlagzähigkeit) sowie REM- und TEM-Analysen konnte ein verallgemeinertes ZTA-Schaubild aufgestellt werden (**Bild 2.24**). Demnach lassen sich im Allgemeinen drei Stadien des Alterungsprozesses im Temperaturbereich der 475 °C-Versprödung unterscheiden: (i) Ausscheidung von interstitiellen Elementen an Versetzungen, gefolgt von einer möglichen Karbid- und Nitridbildung, (ii) Bildung von (C+N)/Cr Co-Cluster (engl. *s-i complexes*), und (iii) Bildung von Cr-reichen Ausscheidungen (α - α'_{Cr} -Entmischung). Zusammenfassend ist festzustellen, dass die verfestigende Wirkung dieses Ausscheidungsprozesses nicht nur auf die Bildung sichtbarer α'_{Cr} -Teilchen zurückzuführen ist, sondern sich bereits während einer Inkubationsperiode vollzieht, in der sich (C+N)/Cr Co-Cluster bilden. Diese Cluster führen zu einer weitreichenden Gitterverzerrung und stellen sehr wirksame Hindernisse zur Versetzungsbewegung dar.

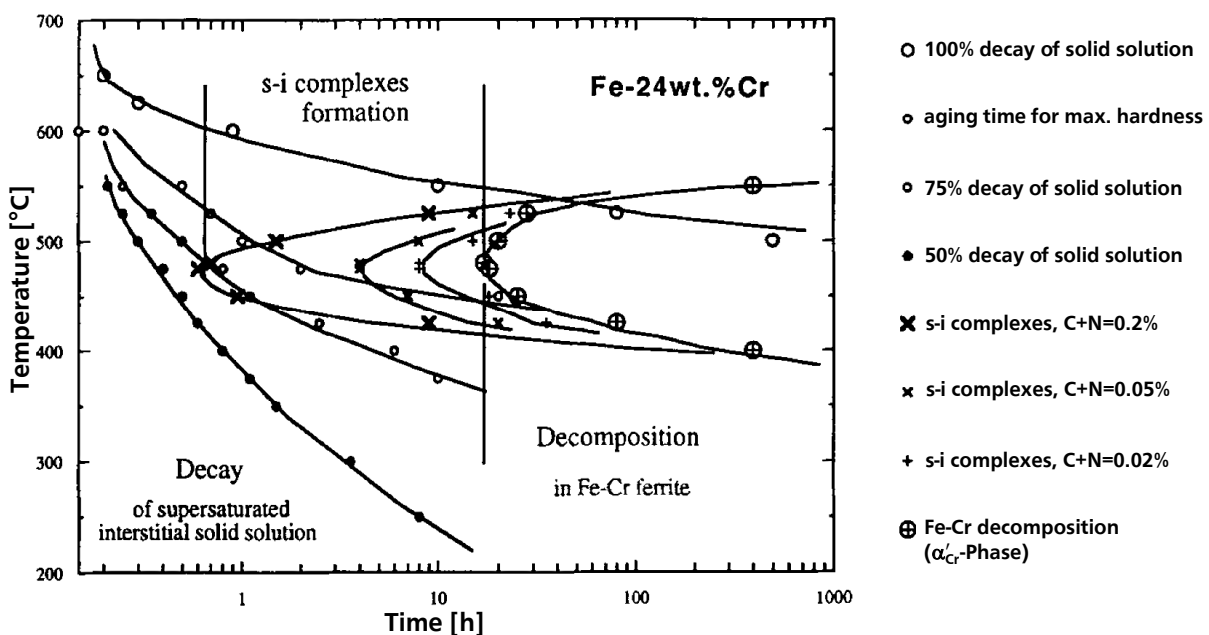


Bild 2.24: ZTA-Schaubild eines ferritischen 24 % Cr-Stahl mit Angabe der drei wesentlichen Stadien des Alterungsprozesses im Temperaturbereich der 475 °C-Versprödung [72]

2.3 Materialmodellierung unter thermomechanischer Beanspruchung

Technische Hochtemperaturkomponenten unterliegen im Betrieb thermisch-mechanischen Beanspruchungen, die zu Materialschädigung und zum Versagen der Komponenten führen können. Hier kommen Materialmodelle zum Einsatz, die das Spannungs-Dehnungs-Verhalten simulieren und es ermöglichen, die Bedingungen, die die Lebensdauer einer Komponente begrenzen würden, bereits frühzeitig zu erfassen und zu bewerten.

2.3.1 Vereinheitlichte konstitutive Materialmodellierung

Vereinheitlichte konstitutive Modelle (engl. *unified constitutive models*) sind in den letzten Jahrzehnten auf der Basis der Fließflächen-basierten Plastizitätstheorie und der klassischen Kriechmodellierung entwickelt worden, um das zeit- und temperaturabhängige Verhalten von realen Werkstoffen zu beschreiben. Im Folgenden werden einige charakteristische Eigenschaften dieser Modelle und die allgemeine Form der zugrundeliegenden Gleichungen vorgestellt.

Konstitutive Modelle [127, 128, 129, 130, 131] umfassen die mathematische Beschreibung elasto-viskoplastischer Materialeigenschaften unter Verwendung von sogenannten inneren Zustandsvariablen. Dabei ist zwischen expliziten und impliziten Zustandsvariablen zu unterscheiden. Erstere stellen mikrostrukturelle Parameter wie Versetzungsdichte, Korngröße oder Ausscheidungsgröße und -orientierung dar. Implizite innere Zustandsvariablen werden dagegen als makroskopische Durchschnittswerte definiert, um mikrostrukturelle Vorgänge zu charakterisieren. Ferner lassen sich äußere Variablen wie beispielsweise Spannung, Dehnung, Dehnrates und Temperatur unterscheiden, die makroskopisch definiert sind und experimentell gemessen, geregelt oder auf Basis experimenteller Daten rechnerisch ermittelt werden können. Innere und äußere Zustandsvariablen werden durch ein gekoppeltes Differentialgleichungssystem korreliert, in dem drei Gleichungstypen zu unterscheiden sind: die kinematische Gleichung, die kinetische Gleichung (inelastische Fließregel) und eine Evolutionsgleichung für jede innere Zustandsvariable.

Die **kinematische Gleichung** stellt die für kleine Verformungen übliche additive Zerlegung des Gesamtdehnungstensors ε_{ij} in elastische ε_{ij}^e , inelastische ε_{ij}^{in} und thermische ε_{ij}^{th} Anteile dar:

$$\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ij}^e + \varepsilon_{ij}^{in} + \varepsilon_{ij}^{th}. \quad (2.23)$$

Die inelastische Dehnrates ist von dem momentanen Spannungszustand σ_{kl} , der Temperatur T und der inneren Zustandsvariablen ζ_k bestimmt. Diese Beziehung wird mathematisch

durch die inelastische Fließregel – das Stoffgesetz für die inelastischen Deformationen – beschrieben, die die allgemeine Form

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^{\text{in}} = \sqrt{\frac{3}{2}} \dot{p}(\sigma_{kl}, T, \zeta_k, \dots) N_{ij} \quad (2.24)$$

besitzt. Dabei kennzeichnet die Normale N_{ij} die Richtung der inelastischen Dehnungssinkremente. Der skalare Parameter \dot{p} entspricht der von Mises Vergleichsdehnung

$$\dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\varepsilon}_{ij}^{\text{in}} \dot{\varepsilon}_{ij}^{\text{in}}} . \quad (2.25)$$

und ist eine Funktion der äußeren und inneren Variablen. Die spezifische funktionale Form von \dot{p} , die sogenannte **kinetische Gleichung**, basiert auf metallurgische Gleichungen für die Beschreibung der Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der Verformungsgeschwindigkeit und widerspiegelt den dominierende Deformationsmechanismus bei einem bestimmten Belastungszustand. Gemäß der im Abschnitt 2.2.1 aufgeführten Mechanismen der inelastischen Verformung metallischer Werkstoffe gliedern sich die Stoffgesetzformulierungen nach folgenden drei Kategorien von Funktionen:

- **Potenzgesetze** zur Beschreibung von gleit- bzw. kletterkontrolliertem Kriechen, Harper-Dorn-Kriechen und Diffusionskriechen,
- **exponentielle Funktionen** zur Beschreibung von inelastischen Deformationen bei niedrigen Temperaturen (Versetzungsgleiten) und
- **Sinus-Hyperbolikus-Funktionen** zur Beschreibung des Übergangs zwischen Potenzgesetzkriechen und Versetzungsgleiten (*power-law-breakdown*).

Dabei ist anzumerken, dass Sinus-Hyperbolikus-Funktionen zur Beschreibung der inelastischen Verformung sowohl im Bereich des Potenzgesetzkriechens (Versetzungsklettern und Diffusion durch Versetzungskerne) als auch im Bereich des Versetzungsgleitens eingesetzt werden können.

Die inneren Zustandsvariablen ζ_k , die sowohl skalar- als auch tensorwertige Größen repräsentieren, werden durch **Evolutionsgleichungen** der Form

$$\dot{\zeta}_k = \dot{\zeta}_k(\sigma_{ij}, \dot{\varepsilon}_{ij}^{\text{in}}, T, \zeta_i, \dots) \quad (2.26)$$

charakterisiert. Die Evolutionsgleichungen dienen der Modellierung des Verfestigungs- bzw. Entfestigungsverhaltens.

Verfestigungs- und Entfestigungsvorgänge in Metallen lassen sich in die zwei Kategorien richtungsabhängige (gerichtete) und richtungsunabhängige (isotrope) Vorgänge aufteilen. Dies

führt dazu, dass mindestens zwei Arten von inneren Variablen erforderlich sind, um das Verfestigungs- und Entfestigungsverhalten unter dreidimensionaler Belastung zu modellieren.

Zur Beschreibung isotroper Verfestigungs- bzw. Entfestigungsvorgänge wird eine skalare innere Variable eingeführt, die oft als Schleppspannung (engl. *drag stress*) K bezeichnet wird. Der Anfangswert dieser Variable repräsentiert die isotrope Festigkeit des Materials im Ausgangszustand, welche von mikrostrukturellen Eigenschaften richtungsunabhängiger Natur charakterisiert ist. Bei polykristallinen metallischen Legierungen zählen hierzu die anfängliche Versetzungsdichte und -struktur, die Korngröße, die Konzentration mischkristallhärtender Elemente sowie die Dispersionsparameter (Volumenanteil und mittlere Partikelgröße) von teilchenhärtenden Ausscheidungen einer zweiten Phase. Die Änderung dieser isotropen Eigenschaften unter thermischer und mechanischer Beanspruchung führt nach einer transienten Anfangsentfestigungs- bzw. Anfangsverfestigungsphase in der Regel zu einem gesättigten Werkstoffzustand, welches ein Gleichgewicht zwischen verfestigenden und entfestigenden Vorgängen darstellt. Dieses Verhalten wird im Rahmen der konstitutiven Modellierung mit Hilfe der Evolutionsgleichung der Schleppspannung modelliert.

Die Richtungsabhängigkeit der Verfestigung wird mit Hilfe der tensorwertigen Rückspannung (engl. *back stress*) S_{ij}^C erfasst. Diese innere Variable beschreibt die verformungsinduzierte Anisotropie des Materials, welche sich bei zyklischer Beanspruchung im Bauschinger Effekt ausdrückt und unter anderem von der Versetzungsaufstauung vor Hindernisse (beispielsweise Korn- und Subkorn Grenzen, Ausscheidungen und andere Versetzungen) resultiert.

Unabhängig von der Art der inneren Variablen (richtungsabhängig oder isotrop) lassen sich die entsprechenden Evolutionsgleichungen allgemein wie folgt formulieren [132]:

$$\dot{\zeta}_k = \text{Verfestigung} - \text{dynamische Erholung} - \text{statische Erholung}$$

Die Vorgänge, die zu einer Verfestigung oder zu einer dynamischen Erholung führen, sind verzerrungsinduziert, das heißt zeit- bzw. geschwindigkeitsunabhängig, und entwickeln sich mit der akkumulierten inelastischen Dehnung bzw. mit der akkumulierten inelastischen Arbeit. Statische Erholungsvorgänge entwickeln sich dagegen mit der Zeit.

Die Gln. (2.23), (2.25) und (2.26) stellen die wesentliche mathematische Struktur aller vereinheitlichten konstitutiven Materialmodelle dar. Im Folgenden wird am Beispiel des Modells nach Slavik und Sehitoglu eine spezifische Modellformulierung vorgestellt.

2.3.1.1 Modell nach Slavik und Sehitoglu

In dem von Slavik und Sehitoglu [133] entwickelten konstitutiven Modell werden Kriechdehnungen und plastischen (zeitunabhängigen) Dehnungen vereinheitlicht als inelastische Dehnungen betrachtet. Das Konzept der Fließfläche wird durch eine sogenannte Spannungsfläche ersetzt, wobei eine inelastische Deformation sowohl innerhalb als auch außerhalb dieser Fläche erfolgen kann. Die Spannungsfläche wird anhand der zwei inneren Variablen Rückspannung und Schleppspannung beschrieben. Die tensorwertige Rückspannung gibt die Lage des Flächenmittelpunktes und die skalarwertige Schleppspannung den Radius der Spannungsfläche an.

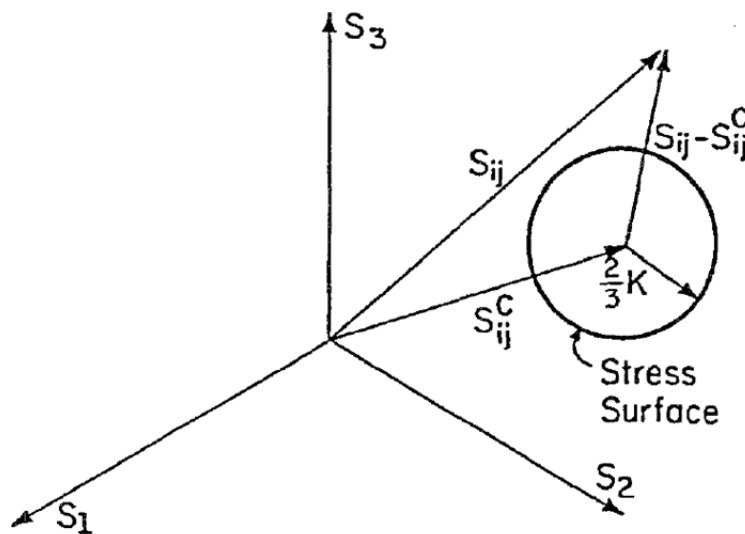


Bild 2.25: Zustandsdarstellung im deviatorischen Spannungsraum [133]

Die Fließregel zur Ermittlung der inelastischen Dehnrates $\dot{\epsilon}_{ij}^{\text{in}}$ als Funktion des momentanen inneren Spannungszustands und der inneren Zustandsvariablen wird allgemein als

$$\dot{\epsilon}_{ij}^{\text{in}} = \frac{3}{2} A_c f\left(\frac{\bar{\sigma}}{K}\right) \frac{S_{ij} - S_{ij}^C}{\bar{\sigma}} \quad (2.27)$$

formuliert. Dabei stellen K die Schleppspannung, S_{ij}^C den deviatorischen Rückspannungstensor, S_{ij} den deviatorischen Spannungstensor und $\bar{\sigma}$ den Vergleichswert der Überspannung dar. Letztere stellt die „treibende Kraft“ für die inelastische Deformation dar und ist definiert als

$$\bar{\sigma} = \sqrt{\frac{3}{2} (S_{ij} - S_{ij}^C)(S_{ij} - S_{ij}^C)}. \quad (2.28)$$

Der Werkstoffparameter A_c in Gl. (2.27) hängt von der Temperatur nach einer Arrhenius-Funktion ab:

$$A_c = A'_c \exp\left(-\frac{\Delta H_c}{RT}\right). \quad (2.29)$$

Dabei ist ΔH_c die sogenannte thermische Aktivierungsenergie, R die universelle Gaskonstante und der präexponentielle Faktor A'_c eine Werkstoffkonstante.

Der deviatorische Charakter der Fließregel nach Gl. (2.27) drückt den Umstand aus, dass inelastischen Deformationen zu einer vernachlässigbaren Volumenänderung führen.

Abhängig von dem vorherrschend wirksamen Mechanismus inelastischer Verformung bei einer gegebenen Kombination von Spannung und Temperatur nimmt der Term $f(\bar{\sigma}/K)$ in Gl. (2.27) eine unterschiedliche funktionale Form an. Spannungszustände außerhalb der Spannungsfläche ($\bar{\sigma}/K \geq 1$) führen zu einem nahezu dehnratenunabhängigen Verformungsverhalten, in dem zeitunabhängige Plastizität infolge Versetzungsgleiten der wirkende Deformationsmechanismus ist. Andererseits führen Spannungszustände innerhalb der Spannungsfläche ($\bar{\sigma}/K < 1$) zu geringen inelastischen Dehnraten und das Verformungsverhalten ist hauptsächlich zeitabhängig, was charakteristisch für Potenzgesetzkriechen ist. Die Zusammenhänge lassen sich mathematisch wie folgt ausdrücken:

$$f\left(\frac{\bar{\sigma}}{K}\right) = \begin{cases} \left(\frac{\bar{\sigma}}{K}\right)^{n_1} & \left(\frac{\bar{\sigma}}{K}\right) < 1 \\ \exp\left[\left(\frac{\bar{\sigma}}{K}\right)^{n_2} - 1\right] & \left(\frac{\bar{\sigma}}{K}\right) \geq 1 \end{cases} \quad (2.30)$$

Die in diesem Modell verwendeten inneren Zustandsvariablen entwickeln sich mit der Zeit, der Temperatur und der Zyklenzahl unter gleichzeitigem Auftreten entfestigender und verfestigender Vorgänge. Die Evolutionsgleichungen setzen sich entsprechend aus Termen für Erholung und Verfestigung zusammen. Für die Evolutionsgleichung der Rückspannung gilt

$$\dot{S}_{ij}^C = \frac{2}{3} h_\alpha(\bar{\alpha}, T) \dot{\varepsilon}_{ij}^{\text{in}} - [r_\alpha^D(\bar{\alpha}, \dot{\varepsilon}_{ij}^{\text{in}}, T) + r_\alpha^S(\bar{\alpha}, T)] S_{ij}^C. \quad (2.31)$$

Dabei ist \dot{S}_{ij}^C der deviatorische Rückspannungsratentensor, $\bar{\alpha}$ ist der Vergleichswert der deviatorischen Rückspannung, der als

$$\bar{\alpha} = \sqrt{\frac{3}{2} S_{ij}^C S_{ij}^C} \quad (2.32)$$

definiert ist, h_α ist die Verfestigungsfunktion, r_α^D und r_α^S stellen jeweils die Funktionen für dynamische und statische Erholung dar.

Für die Evolutionsgleichung der Schleppspannung gilt

$$\dot{K} = h_K(K, T) - r_K(K, T) + \theta(K, T)\dot{T}. \quad (2.33)$$

Dabei ist \dot{K} die Schleppspannungsrate, h_K und r_K stellen jeweils die Verfestigungs- und Erholungsfunktion dar. Die Größe θ beschreibt die Änderung des Anfangswertes der Schleppspannung K_0 mit der Temperatur:

$$\theta = \frac{\partial K_0}{\partial T}. \quad (2.34)$$

Die mathematischen Beziehungen für die Verfestigungs- und Erholungsterme in den oben angegebenen Evolutionsgleichungen sind nicht festgelegt, sondern werden entsprechend des zu modellierenden Werkstoffverhaltens formuliert.

Die oben beschriebene Modellformulierung eignet sich zur Simulation des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens metallischer Werkstoffe unter thermo-mechanischer Beanspruchung und wurde für verschiedene Werkstoffklassen angewendet, unter anderem für den unlegierten Federstahl AISI 1070 [133, 134], die Nickelbasis-Superlegierungen MAR-M 247 [135] und René 80 [136] sowie für eine Aluminium-Gusslegierung vom Typ 319 [137, 138, 139, 140] (**Bild 2.26**).

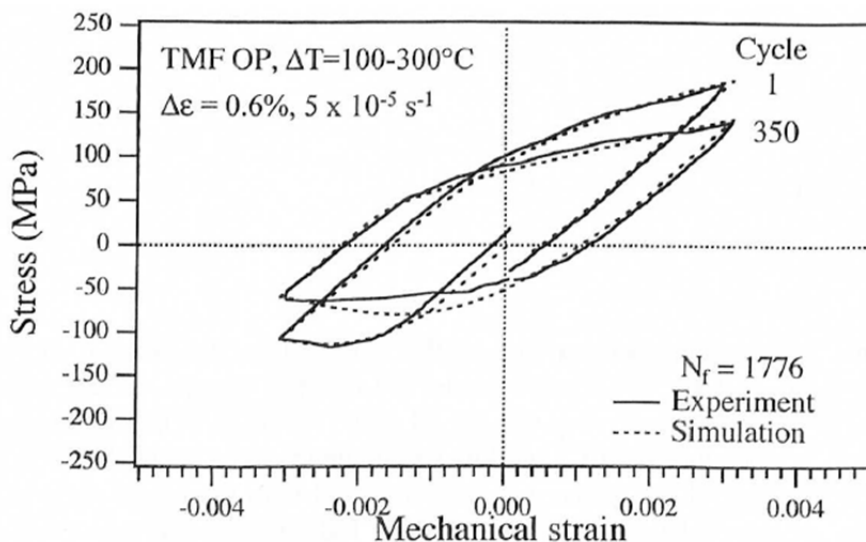


Bild 2.26: Vergleich zwischen Experiment und Simulation am Beispiel eines Out-of-Phase TMF-Versuchs an der Legierung Al 319-T7B [138]

2.3.2 Lebensdaueranalyse

Die Lebensdauer eines thermo-mechanisch beanspruchten Bauteils lässt sich in eine Rissbildungs- bzw. Initiierungs- und eine Rissfortschrittsphase einteilen. Die Anriss- bzw. Rissinitiierungslebensdauer (engl. *initiation life*), N_i , umfasst die eigentliche Rissentstehung und das einsetzende Mikrorisswachstum bis zum Auftreten eines ersten Anrisses der Länge a_i . Die Rissfortschrittslebensdauer (engl. *propagation life*), N_p , fasst das stabile Makrorisswachstum und den im Allgemeinen instabilen Restgewaltbruch zusammen. Die Gesamtlebensdauer bis zum Versagen (engl. *failure life*), N_f , wird durch Aufsummieren der beiden Lebensdauerwerte N_i und N_p ermittelt:

$$N_f = N_i + N_p. \quad (2.35)$$

Die Bewertung der Rissfortschrittslebensdauer erfolgt in der Regel auf Basis von bruchmechanischen Ansätzen [141, 142]. Für die Analyse der Anrisslebensdauer von Hochtemperaturbauteilen unter thermozyklischer Beanspruchung – was der Schwerpunkt dieser Arbeit darstellt – kommen häufig zeitunabhängige oder einfache zeitabhängige Lebensdauermodelle zum Einsatz. Die berechneten Spannungen und Dehnungen werden mit Hilfe von phänomenologischen Ansätzen wie Manson-Coffin [143, 144] und Smith-Watson-Topper [145] bewertet. Die Berücksichtigung relevanter Schädigungsmechanismen wie Ermüdungsrisswachstum, Kriechen und Oxidation findet – auch in Ermangelung der breiten Verfügbarkeit solcher Modelle – nicht statt. Die erwünschte Genauigkeit der Lebensdauerberechnung wird mit Hilfe dieser einfachen Modelle in vielen Fällen nicht erreicht [146, 147]. In den letzten Jahrzehnten wurden daher verstärkt sogenannte mikrostruktur-basierte Modelle entwickelt, welche durch eine starke Einbindung der relevanten mikrostrukturellen Prozesse eine zuverlässigere Lebensdaueranalyse ermöglichen sollen. Ein Vertreter solcher mechanismen-basierten Modelle wird im Folgenden vorgestellt.

2.3.2.1 Modell nach Neu und Sehitoglu

Das Modell nach Neu und Sehitoglu [148, 149, 150] stellt einen akkumulativen Ansatz zur Bewertung der Anrisslebensdauer thermo-mechanisch beanspruchter Komponenten dar, welches Schädigung durch die drei Mechanismen Ermüdung, Oxidation und Kriechen berücksichtigt und die Lebensdauerabschätzung für beliebige Temperatur-Dehnungs-Phasenbeziehungen (In-Phase, Out-of-Phase und andere) ermöglicht. Bei diesem Ansatz werden die jeweiligen Beiträge der Schädigungsmechanismen entkoppelt betrachtet. Die zyklusbezogene Gesamtschädigung, das heißt, die Gesamtschädigung pro Zyklus, D^{tot} , berechnet sich als Summe der

zyklusbezogenen Ermüdungsschädigung D^{fat} , Oxidationsschädigung D^{ox} und Kriechschädigung D^{creep} :

$$D^{\text{tot}} = D^{\text{fat}} + D^{\text{ox}} + D^{\text{creep}}. \quad (2.36)$$

Unter der Annahme linearer Schädigungsakkumulation und einer Gesamtschädigung zum Zeitpunkt der Anrissentstehung gleich 1, lässt sich Gl. (2.36) in Bezug auf die Rissinitiiierungslebensdauer (engl. *initiation life*), N_i ³, folgendermaßen formulieren:

$$\frac{1}{N_i} = \frac{1}{N_i^{\text{fat}}} + \frac{1}{N_i^{\text{ox}}} + \frac{1}{N_i^{\text{creep}}}. \quad (2.37)$$

Dabei stellen N_i^{fat} , N_i^{ox} und N_i^{creep} theoretische Werte der Lebensdauer infolge der alleinigen Wirkung von jeweils Ermüdungs-, Oxidations- und Kriechschädigung dar.

An dieser Stelle sei darauf hingewiesen, dass Ansätze zur Akkumulation verschiedener Schädigungsanteile in der Regel eine Wechselwirkung nicht berücksichtigen. Dennoch existieren Vorschläge, die Wechselwirkung einzubeziehen. Dabei kann es sich um die Einführung spezieller Wechselwirkungsfaktoren (Chaboche [151]) oder um die Erweiterung der Schadensakkumulationshypothese mit der Verwendung von vorbeanspruchungsabhängigen Bezugskennlinien für Zeitstand- und Anrisslebensdauer (Scholz [152]).

In dem Modell nach Neu und Sehitoglu wird angenommen, dass bei niedrigen Temperaturen die reine **Ermüdungsschädigung** die Lebensdauer vorherrschend beeinflusst. Der Ermüdungsanteil wird entsprechend der Dehnung-Wöhler-Linie (engl. *strain-life approach*) ermittelt. Die phänomenologische Beschreibung der Dehnung-Wöhler-Linie geht auf Manson [143, 153], Coffin [144] und Morrow [154] zurück und basiert auf der additiven Aufteilung der mechanischen Gesamtdehnungsschwingbreite $\Delta\varepsilon_{\text{mech}}$ in einen elastischen Anteil $\Delta\varepsilon_{\text{mech}}^e$ und einen plastischen Anteil $\Delta\varepsilon_{\text{mech}}^p$, die jeweils mit Hilfe eines Potenzansatzes in Beziehung zur Ermüdungsanrisslebensdauer N_i^{fat} wie folgt stehen:

$$\frac{\Delta\varepsilon_{\text{mech}}}{2} = \frac{\Delta\varepsilon_{\text{mech}}^e}{2} + \frac{\Delta\varepsilon_{\text{mech}}^p}{2} = \frac{\sigma_f'}{E} \cdot (2 \cdot N_i^{\text{fat}})^b + \varepsilon_f' \cdot (2 \cdot N_i^{\text{fat}})^c. \quad (2.38)$$

³ In der Modellformulierung nach Neu und Sehitoglu [147, 154] werden für die Initiierungslebensdauer (Lebensdauer bis zum Auftreten eines ersten Anrisses) das Formelzeichen N_f , für die Rissfortschrittslebensdauer (Langrisswachstumsphase) das Formelzeichen N_f^p , und für die Gesamtlebensdauer das Formelzeichen N_f^{tot} verwendet.

Der Elastizitätsmodul E , der Ermüdungsfestigkeitskoeffizient σ'_f , der Ermüdungsfestigkeits-exponent b , der Ermüdungsduktilitätskoeffizient ε'_f und der Ermüdungsduktilitätsexponent c stellen Werkstoffkonstanten dar, die aus niederzyklischen Ermüdungsversuchen bei niedrigen Temperaturen – in der Regel bei Raumtemperatur – ermittelt werden. Die Raumtemperatur-Dehnung-Wöhler-Linie wird in diesem Modell als obere Lebensdauergrenze angesehen. Mit steigender Temperatur werden Oxidations- und Kriechschädigungsprozesse aktiviert, so dass ein Rückgang der Lebensdauer bezogen auf die Dehnung-Wöhler-Linie bei Raumtemperatur den Einflüssen von D^{ox} , D^{creep} oder einer Überlagerung der beiden Schädigungstermen zugeschrieben wird.

Die Modellgleichung zur Beschreibung der **Oxidationsschädigung** widerspiegelt die oxidationsinduzierte Risskeimbildung und das oxidationsinduzierte Risswachstum. In einem frühen Stadium der Lebensdauer bildet sich bei hohen Temperaturen eine (meistens) schützende Oxiddeckschicht auf der ungeschädigten Metalloberfläche. Das Oxiddeckschichtwachstum kann – je nach Werkstoff – unterschiedlichen Gesetzmäßigkeiten folgen, wobei oft ein parabolisches Gesetz der Form

$$h_0 = \sqrt{k'_p \cdot t} \quad (2.39)$$

zur Beschreibung der Oxidationskinetik gilt. Dabei ist h_0 die Oxidschichtdicke und k'_p die schichtdickenbezogene parabolische Oxidationskonstante, die von der Temperatur gemäß der Arrhenius-Beziehung

$$k'_p = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q_{\text{ox}}}{R \cdot T}\right) \quad (2.40)$$

abhängt. Der präexponentielle Faktor D_0 und die Aktivierungsenergie für Oxidation Q_{ox} sind materialspezifische Konstanten. In einem Beanspruchungszyklus mit zeitlich veränderlicher Temperatur $T(t)$ ist k'_p jedoch nicht konstant. Daher wird eine effektive Oxidationskonstante K_p^{eff} eingeführt, die als

$$K_p^{\text{eff}} = \frac{1}{t_c} \int_0^{t_c} D_0 \cdot \exp\left(\frac{-Q_{\text{ox}}}{R \cdot T(t)}\right) dt \quad (2.41)$$

definiert ist. Dabei ist t_c die Zyklusdauer.

Unter mechanischer Belastung tritt ein Aufreißen der Oxidschicht nach Erreichen einer kritischen Dicke auf, womit frische Metalloberfläche der oxidierenden Umgebung ausgesetzt wird und lokal eine höhere Oxidschichtwachstumsrate vorliegt. Risskeimbildung infolge Oxidation ist definiert als das erstmalige Aufreißen der Oxidschicht. Der Prozess des wiederholten Oxid-

schichtwachstums an der Risspitze und des Versagens dieser Schicht infolge mechanischer Dehnung wird in diesem Modell als oxidationsinduziertes Risswachstum verstanden. Wenn die Oxidschicht an der Risspitze ständig versagt, folgt das beschleunigte Oxidwachstum keinem parabolischen Gesetz sondern einem Potenzgesetz der Form

$$h_0 = B \cdot \frac{K_p^{\text{eff}}}{\bar{h}_f} \cdot t^\beta, \quad (2.42)$$

wobei B und β Werkstoffkonstanten und die Größe \bar{h}_f einen Mittelwert der kritischen Oxidschichtdicke beim Aufreißen darstellen. Durch Ableitung von Gl. (2.42) nach der Zeit und mit $dN = dt/t_c$ erhält man:

$$\frac{dh_0}{dN} = B \cdot \frac{K_p^{\text{eff}}}{\bar{h}_f} \cdot \beta \cdot N^{\beta-1} \cdot t_c^\beta. \quad (2.43)$$

Basierend auf metallographischen Befunden und direkten Messungen der Dicke von mehrlagigen Oxidschichten an oxidgefüllten Intrusionen ließ sich in [155] eine Abhängigkeit der mittleren kritischen Oxidschichtdicke \bar{h}_f von der mechanischen Dehnschwingbreite $\Delta \varepsilon_{\text{mech}}$, der mechanischen Dehnrate $\dot{\varepsilon}_{\text{mech}}$ und der Phasenbeziehung zwischen mechanischer und thermischer Dehnung ermitteln und folgende empirische Beziehung bestimmen:

$$\bar{h}_f = \frac{\delta_0}{\Delta \varepsilon_{\text{mech}}^2 \cdot \Phi^{\text{ox}} \cdot \dot{\varepsilon}_{\text{mech}}^a}. \quad (2.44)$$

Die Werkstoffkonstanten a und δ_0 geben dabei jeweils die Dehnratenempfindlichkeit von \bar{h}_f und die Duktilität der Oxidschicht wieder. Die Phasenbeziehung zwischen mechanischen und thermischen Dehnungen hat insofern Bedeutung, weil Oxidschichten in der Regel ein sprödes Verhalten bei niedrigen Temperaturen zeigen. Dieser Effekt wird mit Hilfe der Phasenfunktion ϕ^{ox} modelliert, die über einen TMF-Zyklus aufintegriert wird. Dabei handelt es sich um eine Normalverteilungsfunktion, deren Maximum bei einer Out-of-Phase-TMF-Beanspruchung liegt, da in diesem Fall die Oxidation am schädlichsten wirkt. Es gilt:

$$\phi^{\text{ox}} = \exp \left(-\frac{1}{2} \left(\frac{(\dot{\varepsilon}_{\text{th}}/\dot{\varepsilon}_{\text{mech}}) + 1}{\xi^{\text{ox}}} \right)^2 \right) \quad (2.45)$$

$$\Phi^{\text{ox}} = \frac{1}{t_c} \int_0^{t_c} \phi^{\text{ox}} dt. \quad (2.46)$$

Mit Hilfe des Formfaktors ξ^{ox} lässt sich die Phasenbeziehungsempfindlichkeit der Oxidationschädigung steuern. Einsetzen von Gl. (2.44) in Gl. (2.43) und Integration von $N = 0$ bis $N = N_i^{\text{ox}}$ liefert folgenden Term für die zyklusbezogene Oxidationsschädigung:

$$\frac{1}{N_i^{\text{ox}}} = \left[\frac{h_{\text{cr}} \cdot \delta_0}{B \cdot \Phi^{\text{ox}} \cdot K_p^{\text{eff}}} \right]^{-1/\beta} \cdot \frac{2 \cdot (\Delta \varepsilon_{\text{mech}})^{2/(\beta+1)}}{\dot{\varepsilon}_{\text{mech}}^{(1-a/\beta)}}. \quad (2.47)$$

Dabei entspricht die kritische Risslänge h_{cr} der Risslänge am Ende der Rissinitiierungsphase. Es gilt die Annahme, dass bei Risslängen größer als h_{cr} der Einfluss der Oxidation auf das Risswachstum aufgrund hoher Rissfortschrittsraten vernachlässigbar ist.

Die Modellgleichung zur Beschreibung der **Kriechschädigung** beruht im Grunde auf einer empirischen Beziehung zwischen der Lebensdauer unter Kriechbeanspruchung – wobei in der Regel die Zeitstandlebensdauer bzw. Belastungsdauer bis zum Bruch t_u herangezogen wird – und der sekundären bzw. minimalen Kriechgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}_{f,\text{min}}$, die auf Monkman und Grant [156] zurückgeht:

$$t_u \propto \frac{1}{\dot{\varepsilon}_{f,\text{min}}^{m_{\text{MG}}}}. \quad (2.48)$$

Dabei gilt für den Exponenten meist $m_{\text{MG}} \approx 1$. Makroskopische Variablen, die eine Auswirkung auf die Kriechrate und somit auf die Lebensdauer unter Kriechbeanspruchung haben, sind grundsätzlich die Temperatur und die Spannung. Die minimale Kriechgeschwindigkeit weist eine exponentielle Abhängigkeit von der Temperatur über eine Arrhenius-Beziehung auf:

$$\dot{\varepsilon}_{f,\text{min}} \propto \exp\left(-\frac{Q_c}{R \cdot T}\right). \quad (2.49)$$

Die Größe Q_c stellt dabei die Aktivierungsenergie für den geschwindigkeitsbestimmenden Kriechvorgang dar.

Die Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit wird im Grunde mit Hilfe eines Potenzgesetzes beschrieben ($\dot{\varepsilon}_{f,\text{min}} \propto \sigma^n$, Norton [157]). Hinsichtlich des Vorzeichens der Spannung (Zug- oder Druckbelastung) stellt die Kriechschädigung jedoch ein asymmetrisches Problem dar. Die Mechanismen, die zu einer Vergrößerung von Hohlräumen und zum interkristallinen Kriechrisswachstum führen – nämlich Wachstum durch Diffusion sowie durch Korngrenzengleiten und Versetzungskriechen –, treten vorherrschend unter Zugbelastung auf [25, 158, 159, 160]. Diese Asymmetrie wird auf Basis einer Erweiterung des Norton'schen Kriechgesetzes modelliert:

$$\dot{\varepsilon}_{f,\text{min}} \propto \left(\frac{\alpha_1 \cdot \bar{\sigma} + \alpha_2 \cdot \sigma_H}{K} \right)^m \quad (2.50)$$

Dementsprechend ist die Kriechrate – und somit auch die Kriechschädigung – eine Funktion vom effektiven Wert der Überspannung $\bar{\sigma}$, die gemäß Gl. (2.28) berechnet wird, und von der hydrostatischen Spannung σ_H , definiert als

$$\sigma_H = \frac{1}{3}(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}). \quad (2.51)$$

Die Skalierungsfaktoren α_1 und α_2 in Gl. (2.50) spiegeln die relative Höhe der Schädigung unter Zug- und Druckbelastung wieder, so dass sich unterschiedliches Zug- und Druckkriechschädigungsverhalten berücksichtigen lässt.

Zur Berechnung der Spannungswerte $\bar{\sigma}$ und σ_H in Gl. (2.50) ist der Einsatz eines Verformungsmodells erforderlich. In [135] und [148] wurde das im vorherigen Abschnitt beschriebene konstitutive Modell eingesetzt, welches als erstes von Bodner und Parton [161] formuliert und von Slavik und Sehitoglu [133] weiterentwickelt wurde. Im Modell werden irreversible Verformungen infolge Kriechen und Plastizität vereinheitlicht als inelastische Dehnungen behandelt. Bei niedrigen Spannungen und hohen Temperaturen ist Kriechen der wirkende Verformungsmechanismus. Plastizität dominiert im Bereich hoher Spannungen. Weiterhin wird in der Formulierung gemäß Gl. (2.50) die sogenannte Schleppspannung (engl. *drag stress*, Formelzeichen K) eingeführt. Diese ist als diejenige Spannung definiert, die dem temperaturabhängigen Übergang zwischen Potenzgesetzkriechen und Plastizität entspricht. Die Schleppspannung stellt eine interne Zustandsvariable dar, die es ermöglicht, die Evolution der (Kriech-)Festigkeit infolge niederzyklischer Hochtemperaturbeanspruchung in die Kriechschädigungsbewertung einzubeziehen.

Neben der Temperatur und der Spannung wirkt sich auch die Phasenbeziehung zwischen mechanischer und thermischer Dehnung auf das Kriechschädigungsverhalten aus. Typische Kriechschädigung, die sich in polykristallinen Werkstoffen entlang der Korngrenzen in Form von Kriechporen und keilförmigen Tripelkantenrissen bildet, tritt verstärkt unter In-Phase-TMF-Beanspruchung auf. Diese Erscheinung konnte beispielsweise an einem Federstahl vom Typ AISI 1070 [148] und an einer Nickelbasissuperlegierung vom Typ IN718 [162] metallographisch nachgewiesen werden. Die Phasenbeziehungsabhängigkeit der Kriechschädigung wird mit Hilfe der Phasenfunktion für Kriechschädigung ϕ^{creep} modelliert. Analog zur Phasenfunktion für Oxidationsschädigung handelt es sich dabei um eine Normalverteilungsfunktion:

$$\phi^{\text{creep}} = \exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{(\dot{\epsilon}_{\text{th}}/\dot{\epsilon}_{\text{mech}})-1}{\xi^{\text{creep}}}\right)^2\right) \quad (2.52)$$

$$\Phi^{\text{creep}} = \frac{1}{t_c} \int_0^{t_c} \phi^{\text{creep}} dt \quad (2.53)$$

Mit Hilfe des Formfaktors ξ^{creep} lässt sich die Phasenbeziehungsempfindlichkeit der Kriechschädigung abbilden.

Die allgemeine Form der Kriechschädigungsgleichung im Lebensdauermodell nach Neu und Sehitoglu ergibt sich aus der Annahme, dass die zyklusbezogene Kriechschädigung umgekehrt proportional zur Zeitstandlebensdauer ist ($D^{\text{creep}} = 1/N_i^{\text{creep}} \propto 1/t_u$). Einsetzen von Gln. (2.49), (2.50), (2.52) und (2.53) in die Monkman-Grant-Beziehung nach Gl. (2.48) und mit $m_{\text{MG}} = 1$ erhält man

$$\frac{1}{N_i^{\text{creep}}} = A \cdot \Phi^{\text{creep}} \cdot \int_0^{t_c} \exp\left(-\frac{Q_c}{R \cdot T(t)}\right) \cdot \left(\frac{\alpha_1 \cdot \bar{\sigma} + \alpha_2 \cdot \sigma_H}{K}\right)^m dt, \quad (2.54)$$

wobei der zusätzliche Parameter A eine Werkstoffkonstante zur Skalierung des Kriechschädigungsanteils darstellt.

Die oben aufgeführten Modellgleichungen gelten für den Spezialfall eindimensionaler Belastung. Eine Ausnahme stellt die Beschreibung des Kriechschädigungsanteils gemäß Gl. (2.54), in die die Spannungsinvarianten einfließen. Der Einsatz der Modellgleichungen für Ermüdung und Oxidation zur Bewertung von dreidimensional belasteten Hochtemperaturbauteilen im Rahmen von FE-Analysen erfordert eine Erweiterung, die auf dem Konzept der kritischen Ebene basiert [163]. Dabei sind die Spannungs- bzw. Dehnungszustände an kritischen Bauteilstellen zu analysieren und Ebenen zu identifizieren, auf denen die höchste Schädigung auftritt [164].

Das Lebensdauermodell nach Neu und Sehitoglu konnte erfolgreich auf den unlegierten Federstahl AISI 1070 [148], die Nickelbasislegierungen MAR-M 247 [135] und IN718 [162], einen Metall-Matrix-Verbundwerkstoff [165] und die Aluminiumlegierung AlCuBiPb [166, 167] (**Bild 2.27**) angewendet werden. Das Potential dieses Modells liegt in der Lebensdauerabschätzung bei verschiedenen Dehnraten sowie unter thermomechanischer Beanspruchung bei beliebigen Zeit-Temperatur-Verläufen und bei beliebigen Phasenlagen zwischen mechanischer und thermischer Dehnung (IP, OP und andere).

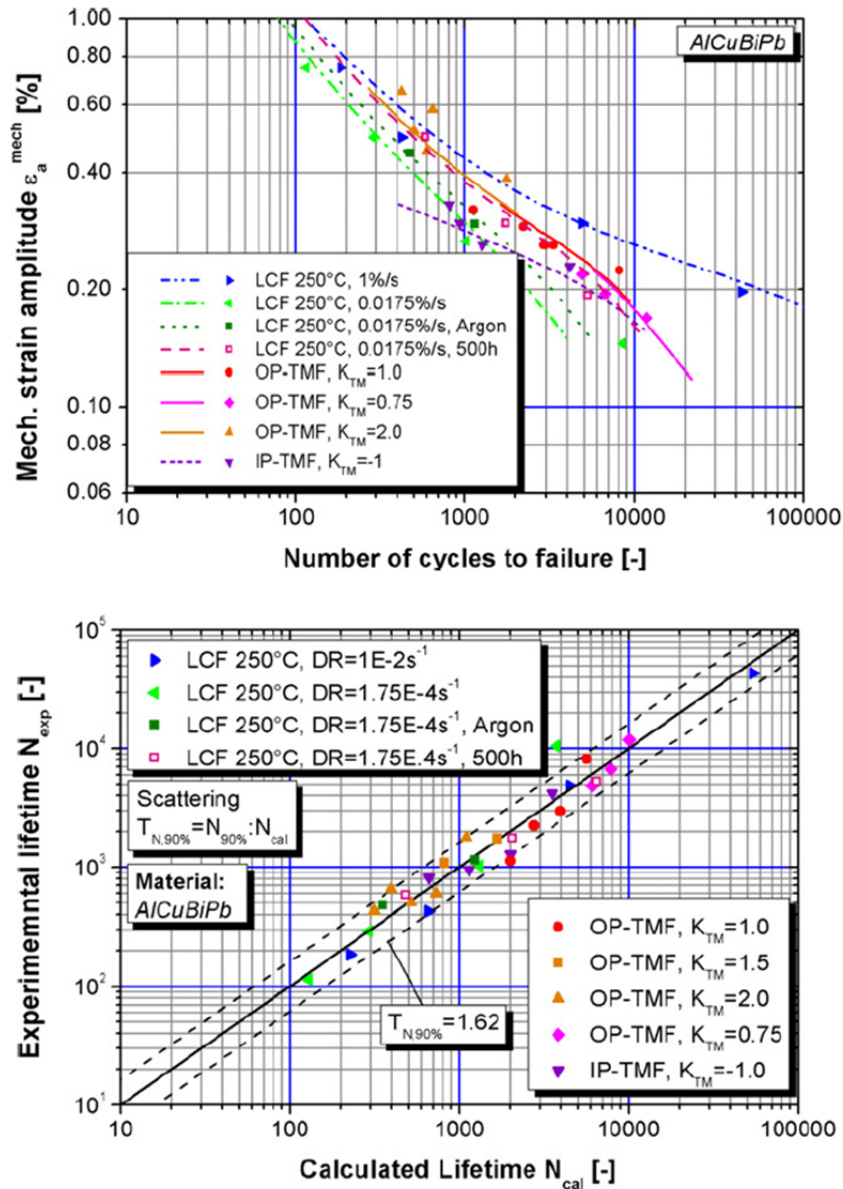


Bild 2.27: Beispiel für die Anwendung des Modells nach Neu und Sehitoglu zur Lebensdauerabschätzung unter LCF- und TMF-Beanspruchung, Werkstoff AlCuBiPb [166]. Oben: Anrisschaubild mit errechneten Dehnung-Wöhler-Linien. Unten: Errechnete Lebensdauern (N_{cal}) im Vergleich zu Versuchsergebnissen (N_{exp})

Zusammenfassend sei angemerkt, dass für die in dieser Arbeit zu untersuchende Werkstoffklasse keine geschlossene Modellierung von Ermüden, Kriechen und Oxidation hinsichtlich einer Lebensdauerabschätzung unter LCF-Beanspruchung vorliegt. Daher besteht der Bedarf, die Eignung von akkumulativen Modellen – wie das Modell nach Neu und Sehitoglu – für ferritische nichtrostende Stähle mit Hilfe einer experimentellen Datenbasis in einem weiten Temperaturbereich zu untersuchen. Wie in diesem Abschnitt geschildert wurde, zeigt diese Werkstoffklasse ein unter thermischer und mechanischer Beanspruchung sehr komplexes Verhalten. Daher besteht der Bedarf zur Klärung der Frage, ob das oben genannte Modell geeignet ist, oder ob Erweiterungen zwecks einer realitätsnahen Modellierung des Verformungs- und Schädigungsverhaltens erforderlich sind.

3 Zielsetzung und Lösungsweg

Ziel dieser Arbeit ist die Modellierung von Verformung und Lebensdauer für thermisch und mechanisch beanspruchte Hochtemperatur-Bauteile aus rostfreien ferritischen Blechwerkstoffen. Dabei sind diejenigen Mechanismen der plastischen Verformung und Schädigungsentwicklung zu berücksichtigen, die das besondere Verhalten dieser Werkstoffklasse in dem weiten praxisnahen Temperaturbereich charakterisieren. Vor dem Hintergrund der hohen Einsatztemperaturen bis etwa 900 °C soll speziell auch die Wirkung der Oxidation untersucht werden. Am Beispiel des in der Automobilindustrie weit verbreiteten Werkstoffs 1.4509 mit einer Blechstärke von 2 mm soll ein methodisches Vorgehen entwickelt und validiert werden.

Unter thermo-mechanischer Beanspruchung mit homologen Maximaltemperaturen deutlich oberhalb 0,4 treten neben zeitunabhängiger Wechselplastizität und Ermüdungsrisswachstum verschiedene thermisch aktivierte, zeitabhängige Mechanismen auf, deren Überlagerung und Wechselwirkung die Mikrostrukturentwicklung im Betrieb und das Schädigungsverhalten beeinflussen. Diese Mechanismen sollen zunächst auf Basis experimenteller Untersuchungen im anwendungsrelevanten Zeit- und Temperaturbereich identifiziert und deren Auswirkung auf den Lebensdauerverbrauch quantifiziert werden. Die entsprechenden experimentellen Arbeiten beinhalten Auslagerungs-, statische Kriech-, quasistatische Kurzzeit- sowie niederzyklische isotherme und stichprobenartig anisotherme Ermüdungsversuche. Versuchstechnisch stellt der zu untersuchende Werkstoff – aufgrund der geringen Blechdicke – eine Herausforderung dar. Im Rahmen der experimentellen Arbeiten sind in erster Linie Versuchstechniken zu entwickeln und zu optimieren, die die Generierung einer verlässlichen Datenbasis ermöglichen. Mit Hilfe der Analyse der experimentellen Daten in Kombination mit der metallographischen und fraktographischen Untersuchung der geprüften Proben soll ein Verständnis über die Mechanismen gewonnen werden, die bei den unterschiedlichen Beanspruchungsmustern das Werkstoffverhalten maßgeblich beeinflussen.

Ausgehend von dieser experimentellen Datenbasis soll das Hochtemperaturverhalten des Blechwerkstoffs 1.4509 mit Hilfe von sowohl phänomenologischen als auch konstitutiven Ansätzen modelliert werden. Weiter soll ein viskoplastisches Verformungsmodell für den vorliegenden Fall ausgewählt, auf seine Eignung hin überprüft und abhängig von den Eigenschaften des Werkstoffs erweitert werden. Dabei sollen auch Ansätze zur Lebensdauerabschätzung untersucht werden, die die komplexen Schadensanteile für Ermüden, Oxidation und Kriechen abbilden. Die Modellgleichungen sollen im Hinblick auf einen Einsatz in Finite-Elemente Berechnungen formuliert werden, um zukünftig die Durchführung von Bauteilbewertungen zu ermöglichen.

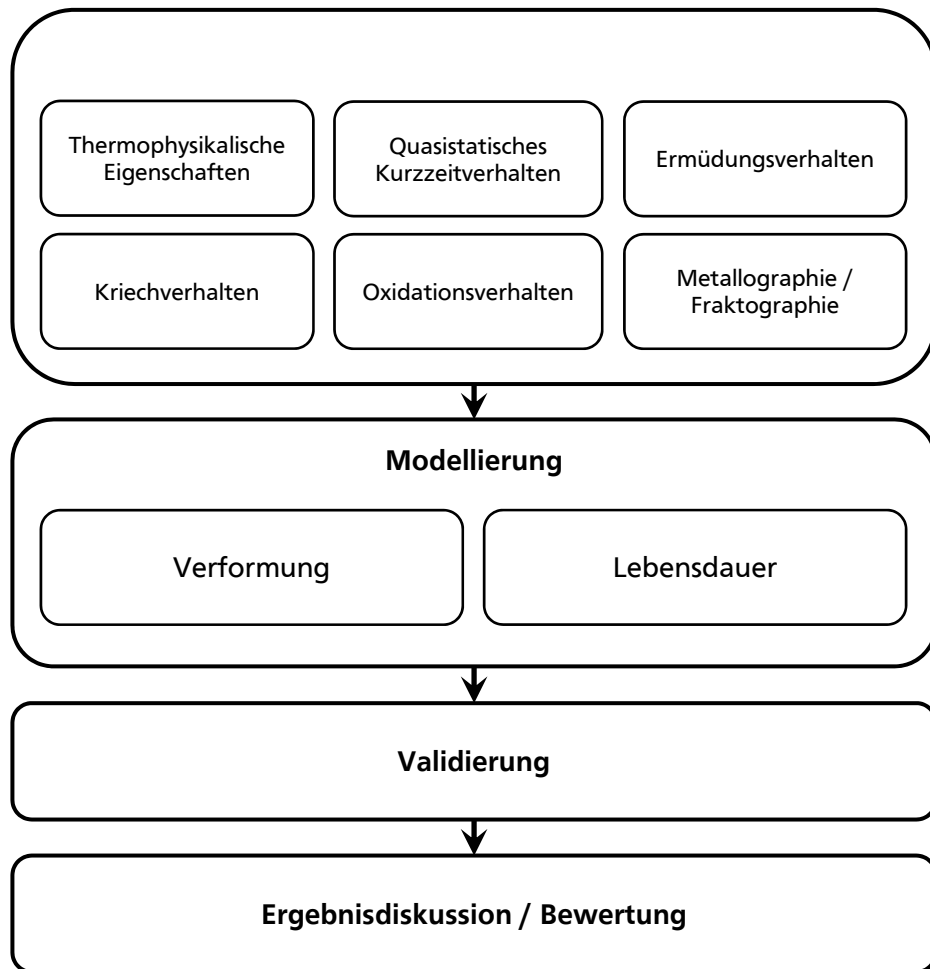


Bild 3.1: Lösungsweg zur Erreichung des Forschungsziels

Die schematische Darstellung in **Bild 3.1** vermittelt einen Überblick über die Schritte des vorgesehenen Lösungsweges. Die **Experimente zur Generierung der Datenbasis** lassen sich in sechs Gruppen einteilen:

- Experimente zur Ermittlung der thermophysikalischen Eigenschaften,
- Warmzugversuche zur Untersuchung des quasistatischen Kurzzeitverhaltens,
- Isotherme und stichprobenartig anisotherme niederzyklische Ermüdungsversuche zur Untersuchung des Ermüdungsverhaltens,
- Kriechversuche zur Untersuchung des zeitabhängigen Verformungs- und Schädigungsverhaltens bei konstanter Temperatur und Last,
- Auslagerungsversuche zur Untersuchung des Oxidationsverhaltens sowie der Gefügestabilität unter alleiniger thermischer Beanspruchung und
- metallographische und fraktographische Untersuchung der geprüften Proben.

Im Rahmen der **theoretischen Arbeiten** wird ausgehend von dem erwarteten komplexen Materialverhalten so vorgegangen, dass zunächst das Werkstoffverhalten bei den einzelnen zu untersuchenden Temperaturen analysiert und modelliert wird. Anschließend bildet die Über-

prüfung im Hinblick auf die Beschreibung des Materialverhaltens unter thermomechanischer Beanspruchung einen wichtigen Abschluss der Modellierungsarbeiten, um das Potenzial des Modells zu zeigen. Somit umfassen die Auswertungsarbeiten

- die Modellierung des Verformungs- und Schädigungsverhaltens unter isothermen Beanspruchungsbedingungen,
- die Nachrechnung der anisothermen Ermüdungsversuche zur Validierung der Modellierungsansätze und
- eine anschließende Diskussion und Bewertung.

4 Experimentelles

Zur Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften sowie der sich auf Verformungs- und Schädigungsverhalten auswirkenden Einflussfaktoren wurde ein Versuchsprogramm aus anwendungsrelevanten thermischen und mechanischen Belastungen entwickelt. Dieses Versuchsprogramm beinhaltet Untersuchungen zum quasistatischen Kurzzeit-, Kriech-, Oxidations- sowie zum isothermen und anisothermen Ermüdungsverhalten. Ferner wurden die thermophysikalischen Eigenschaften experimentell bestimmt.

4.1 Versuchswerkstoff

Die experimentellen Untersuchungen erfolgten an dem weit verbreiteten ferritischen nichtrostenden Blechwerkstoff 1.4509 (X2CrTiNb18). Die Herstellung des Blechs erfolgte durch Warmwalzen, anschließendes Kaltwalzen, Glühen im Durchlaufofen bei 1000-1050 °C für 2-4 min und Dressieren, das heißt Nachwalzen mit geringer Dickenabnahme, wodurch die Streckgrenzendehnung überschritten und ein eventuell vorhandener inhomogener Lüders-Deformationsbereich beseitigt wird [168].

Das Versuchsmaterial wurde in Form von aus einem Coil abgewickelten Blechen mit den Abmessungen $1100 \times 1280 \times 2$ mm (Charge 851979), und auch als ebene Blechpaneele $200 \times 300 \times 1,98$ mm (Charge 868919) bereitgestellt⁴. Die mittels Funken-Emissions-Spektroskopie analysierte chemische Zusammensetzung ist in **Tabelle 4.1** aufgeführt. Die gemessenen Werte der beiden Chargen entsprechen den Angaben nach Norm EN 10088-3.

Tabelle 4.1: Chemische Zusammensetzung des Versuchswerkstoffs 1.4509

Element in wt.-%		C	Si	Mn	P	S	Cr	Nb	Ti
Ist-Analyse Charge 851979		0,03	0,67	0,42	0,02	<0,01	17,75	0,41	0,14
Ist-Analyse Charge 868919		0,029	0,63	0,28	0,02	<0,01	17,49	0,39	0,13
Norm-Angaben EN 10088-3	Min.						17,5	3×C+0,3	0,1
	Max.	0,03	1	1	0,04	0,015	18,5	1	0,6

⁴ Der Firma Outokumpu Nirosta wird für die Bereitstellung des Versuchsmaterials gedankt.

Die mittels FES-Analyse ermittelten Massenanteile weiterer Elemente sind **Tabelle A.1** im Anhang zu entnehmen.

Im Rahmen der Basischarakterisierung des Versuchswerkstoffs wurden metallographische Untersuchungen und Härtemessungen an Blechebenen verschiedener Orientierungen durchgeführt, die im Folgenden gemäß der schematischen Darstellung in **Bild 4.1** bezeichnet werden. Das Gefüge des Versuchswerkstoffs im Ausgangszustand ist exemplarisch in **Bild 4.2** dargestellt. In der lichtmikroskopischen Übersichtsaufnahme im linken Teilbild werden Seigerungen, d.h. Konzentrationsunterschiede der Legierungselemente durch horizontale Schlieren sichtbar. Die Detailaufnahme im rechten Teilbild zeigt feine Primärausscheidungen im Korninneren und auf den Korngrenzen sowie einige große Primärausscheidungen, die durch den Walzprozess zeilenförmig gestreckt wurden.

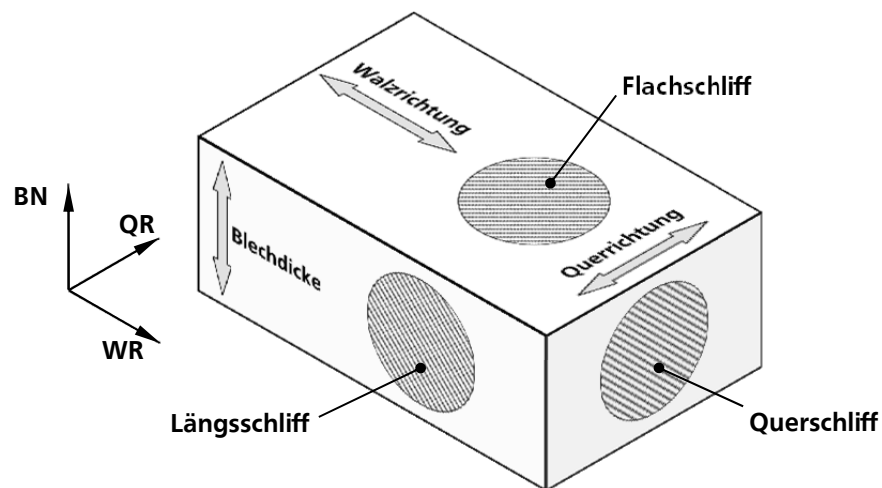


Bild 4.1: Blechelement mit der Bezeichnung der Ebenen für metallographische Schliffe (Flachschliff, Längsschliff, Querschliff) bezogen auf die Achsen des gewalzten Blechs (WR: Walzrichtung, QR: Querrichtung, BN: Richtung der Blechnormale)

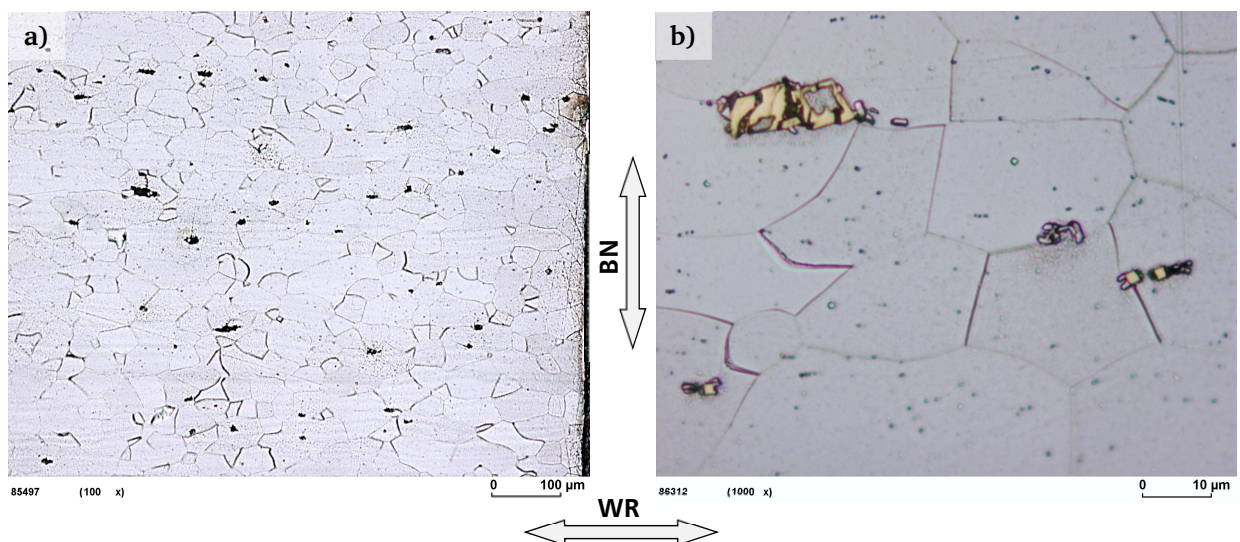


Bild 4.2: Gefüge des Versuchswerkstoffes 1.4509 im Ausgangszustand, lichtmikroskopische Übersichtsaufnahme (a) und Detailaufnahme (b) (Längsschliff, Beraha I-Ätzung)

Bild 4.3 zeigt beispielhaft eine größere zertrümmerte Primärausscheidung, wie sie im gesamten Gefüge zu finden ist. Solche Ausscheidungen wurden mittels energiedispersiver Röntgenanalytik (EDX) untersucht. Es finden sich darin Phasen mit verschiedenen Gehalten an Titan, Niob, Kohlenstoff und Stickstoff, die als Nitride, Karbide und Karbonitride identifiziert wurden. Die Ergebnisse dieser REM/EDX-Analysen bestätigen die Literaturangaben [12, 47], dass sich Monokarbide und -nitride in Form von komplexen (Ti,Nb)(C,N)-Ausscheidungen ausbilden. Dabei scheiden sich – aufgrund ihrer höheren Solvustemperatur – während des Abkühlens aus der Schmelze zunächst TiN- und im festen Zustand TiC-Partikel aus, die als Keime für die heterogene Ausscheidung von Nb(C,N) wirken.

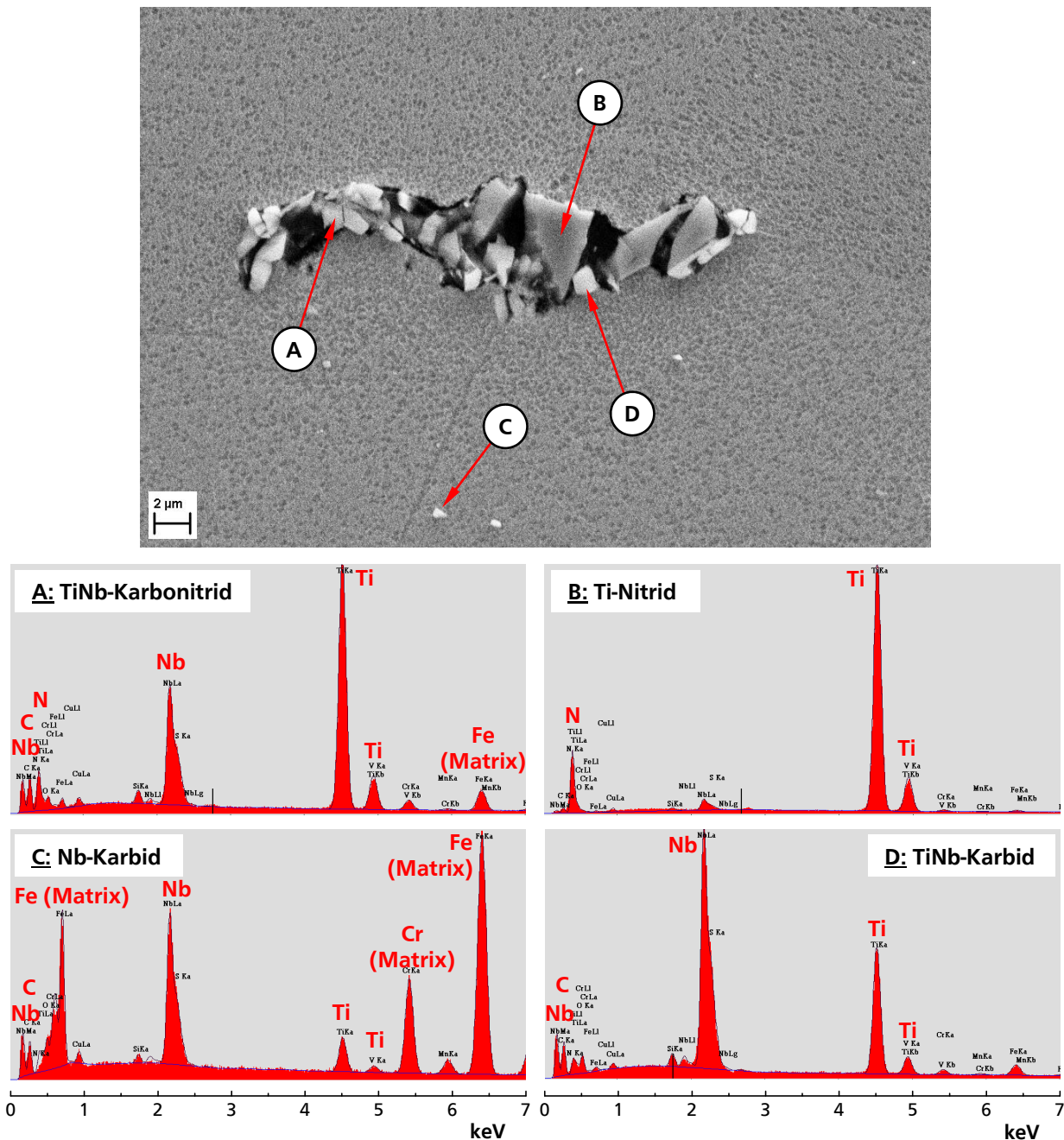


Bild 4.3: Durch den Walzprozess zeilenförmig gestreckte Primärausscheidung, EDX-Analyse im REM

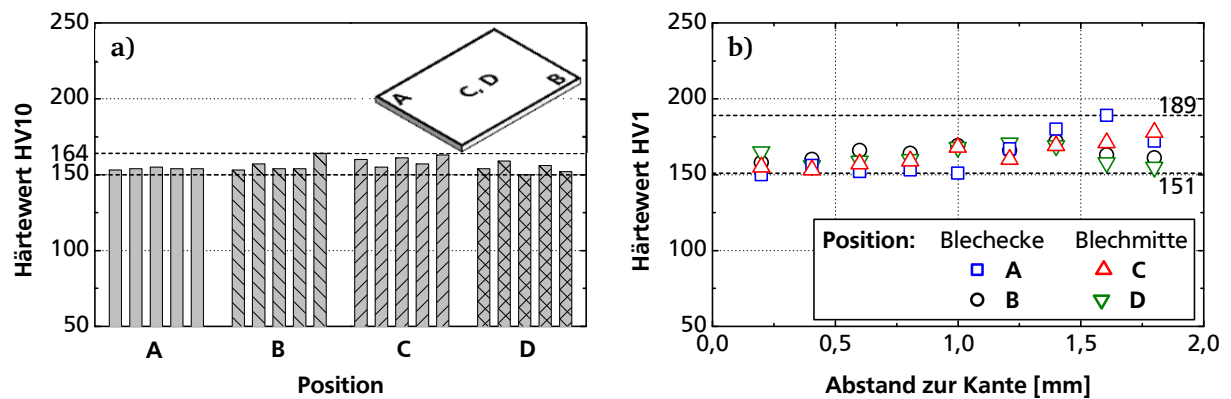


Bild 4.4: Kernhärte mit HV10 an verschiedenen Positionen des rd. $1,1 \times 1,3$ m großen Blechs (a) und Härteverlauf von der Blechober- zur Blechunterseite mit HV1 (b)

Im Rahmen einer Homogenitätsuntersuchung wurden stichprobenartige Härtemessungen an verschiedenen Positionen durchgeführt. Die Ergebnisse, die in **Bild 4.4** zusammenfassend dargestellt sind, zeigen eine homogene Kernhärte (Härte in der Mitte der Blechdicke) auf dem gesamten Blech und einen konstanten Härteverlauf von der Blechober- zur Blechunterseite.

Weiter wurde die Korngröße mittels EBSD in verschiedenen Richtungen analysiert und die Korngrößenverteilung bestimmt (**Bild 4.5**). Es ergeben sich Korngrößen wie folgt:

- Längsschliff: mittlerer Korndurchmesser: $28 \mu\text{m}$ (ASTM - Korngrößenzahl: 8)
- Flachschiiff: mittlerer Korndurchmesser: $37 \mu\text{m}$ (ASTM - Korngrößenzahl: 7)
- Querschliff: mittlerer Korndurchmesser: $30 \mu\text{m}$ (ASTM - Korngrößenzahl: 7-8)

Der mittlere Korndurchmesser liegt bei $32 \pm 5 \mu\text{m}$.

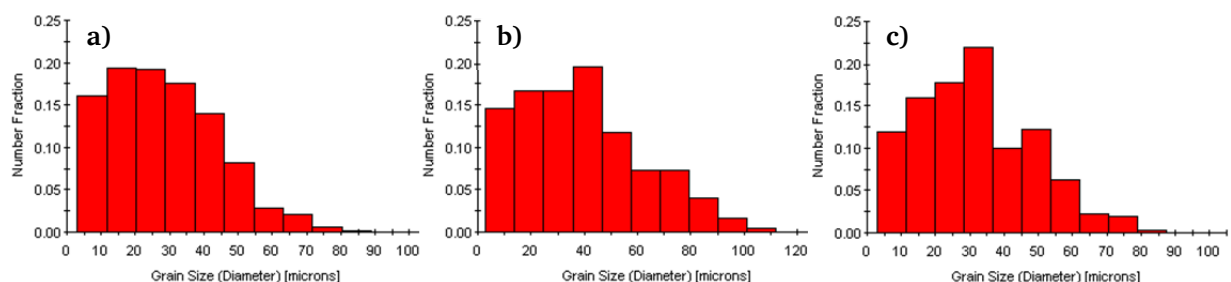


Bild 4.5: Korngrößenverteilungen in Längs- (a), Flach- (b) und Querrichtung (c)

Insgesamt entsprechen chemische Zusammensetzung, Gefügeausbildung mit Korngrößenverteilung in Längs-, Flach- und Querrichtung den Erwartungswerten gemäß Herstellerspezifikation. Ausgehend von den Ergebnissen der Homogenitätsuntersuchung mittels Härtemessungen sowie der relativ kleinen Korngröße war keine große Streuung der Festigkeitskennwerte zu erwarten, was sich auf Basis der Untersuchungen zum quasistatischen Kurzzeitverhalten bestätigten ließ (siehe Abschnitt 5.2).

4.2 Versuchsprogramm

Das Parameterfeld für die experimentellen Untersuchungen wurde entsprechend der typischen Beanspruchungen für Abgasanlagen definiert. Als obere Untersuchungstemperatur wurden 900 °C spezifiziert. Eine Übersicht der experimentellen Arbeiten und der untersuchten Temperaturen zeigt **Tabelle 4.2**. Die bei jeder Versuchsart verwendeten Probengeometrie und Prüftechnik wird im Abschnitt 4.3 beschrieben.

Zur Bestimmung des quasistatischen Kurzzeitverhaltens wurden im Temperaturbereich von RT bis 900 °C (Warm-)Zugversuche mit unterschiedlichen Dehnraten von 0,5 %/min und 5 %/min durchgeführt. Zusätzlich wurden bei 700 °C Versuche in 45° und 90° Orientierung zur Walzrichtung durchgeführt, die der Untersuchung des Einflusses der Textur auf die Festigkeitskennwerte und auf das Verformungsvermögen dienten [169].

Bei der Untersuchung der thermophysikalischen Eigenschaften wurden die thermische Ausdehnung, die spezifische Wärmekapazität und die Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur bestimmt. Dabei handelt es sich um Werkstoffeigenschaften, die für den thermischen Teil von thermo-mechanischen Simulationsrechnungen notwendig sind. Zudem können die zugehörigen Messungen Aufschluss über thermisch induzierte Werkstoffveränderungen wie Ausscheidungsvorgänge, Phasenumwandlungen und Gitterumwandlungen geben.

Tabelle 4.2: Übersicht der experimentellen Arbeiten

Versuchsart	Prüftemperaturen (°C)	Probengeometrie	Anzahl der Versuche
Zugversuch	RT, 300, 400, 500, 600, 650, 675, 700, 800, 900	Flachprobe	42
Kriechversuch	650, 700, 800, 900	Flachprobe	19
LCF	RT, 300, 400, 500, 650, 700, 800	Flachprobe	21
LCF/CLCF	RT, 300, 400, 500, 600, 650, 700, 800, 900	Rohrprobe	43
TMF	200-850	Rohrprobe	23
Oxidationsversuch	650, 700, 800, 900	Flachprobe	58
Rissversuch	400, 700	Flachprobe	4
Thermophysikalische Eigenschaften	RT-850	Stab	1

Ferner wurde das Kurzzeitkriechverhalten des Werkstoffes 1.4509 mit längsten Versuchslaufzeiten von etwa 1000 h untersucht und der Einfluss der Temperatur ($650 \leq \vartheta \leq 900 \text{ °C}$) und der Spannung ($7 \leq \sigma \leq 190 \text{ MPa}$) ermittelt. Die Spannungen wurden so ausgewählt, dass der anwendungsrelevante Kurzzeitkriechbereich abgedeckt wurde.

Das Oxidationsverhalten und die Gefügestabilität unter alleiniger thermischer Belastung wurden anhand von isothermen Oxidationsversuchen im Temperaturbereich von 650 bis 900 °C mit längsten Laufzeiten von etwa 1600 h durchgeführt.

Zur Untersuchung der Ermüdungseigenschaften im anwendungsrelevanten Temperaturbereich wurden isotherme und anisotherme Ermüdungsversuche an Flach- und Rohrproben in Gesamtdehnungsregelung durchgeführt. Der Bereich der untersuchten Temperaturen liegt zwischen Raumtemperatur und 900 °C. Die mechanischen Dehnschwingbreiten variierten dabei zwischen $\Delta \varepsilon = 1,6 \text{ %}$ und $\Delta \varepsilon = 0,4 \text{ %}$, wodurch sich Anrisswechselzahlen zwischen etwa 100 bis 15000 ergaben.

4.3 Versuchstechnik

Die experimentellen Untersuchungen erfolgten in den DAkkS-akkreditierten Prüflaboren des Instituts für Werkstoffkunde (IfW). Am Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik (IWM) wurden ergänzende Untersuchungen zum LCF- und TMF-Verhalten sowie die Untersuchung der thermophysikalischen Eigenschaften durchgeführt.

(Warm-)Zugversuche

Zur Ermittlung der quasistatischen Werkstoffeigenschaften wurden (Warm-)Zugversuche im Temperaturbereich von RT bis 900 °C an Flachproben durchgeführt.

Im Rahmen von Vorversuchen an herkömmlichen Flachproben (Versuchsserie 1, **Bild 4.6a**) wurde eine an das Versuchsmaterial angepasste Probengeometrie und Prüftechnik entwickelt. Das hierbei entstandene Flachprobendesign (**Bild 4.6b**) wurde sowohl bei der Durchführung von (Warm-)Zugversuchen als auch Kriechversuchen eingesetzt. Die Proben wurden so entnommen, dass die Belastungsrichtung parallel zur Walzrichtung verläuft.

Die Durchführung der Warmzugversuche fand in Anlehnung an DIN EN 10 002, Teil 1 (Raumtemperatur) bzw. Teil 5 (erhöhte Temperatur) unter Regelung des Traversenweges in einer rechnergesteuerten elektromechanischen Prüfmaschine statt. Die Dehnungsgeschwindigkeit betrug bis zum Bruch 0,5 %/min bzw. 5 %/min. Die Probenverlängerung wurde kontinuierlich mit einem axial wirkenden, beidseitig messenden Extensometer mit hochauflösenden kapazitiven Wegaufnehmern erfasst.

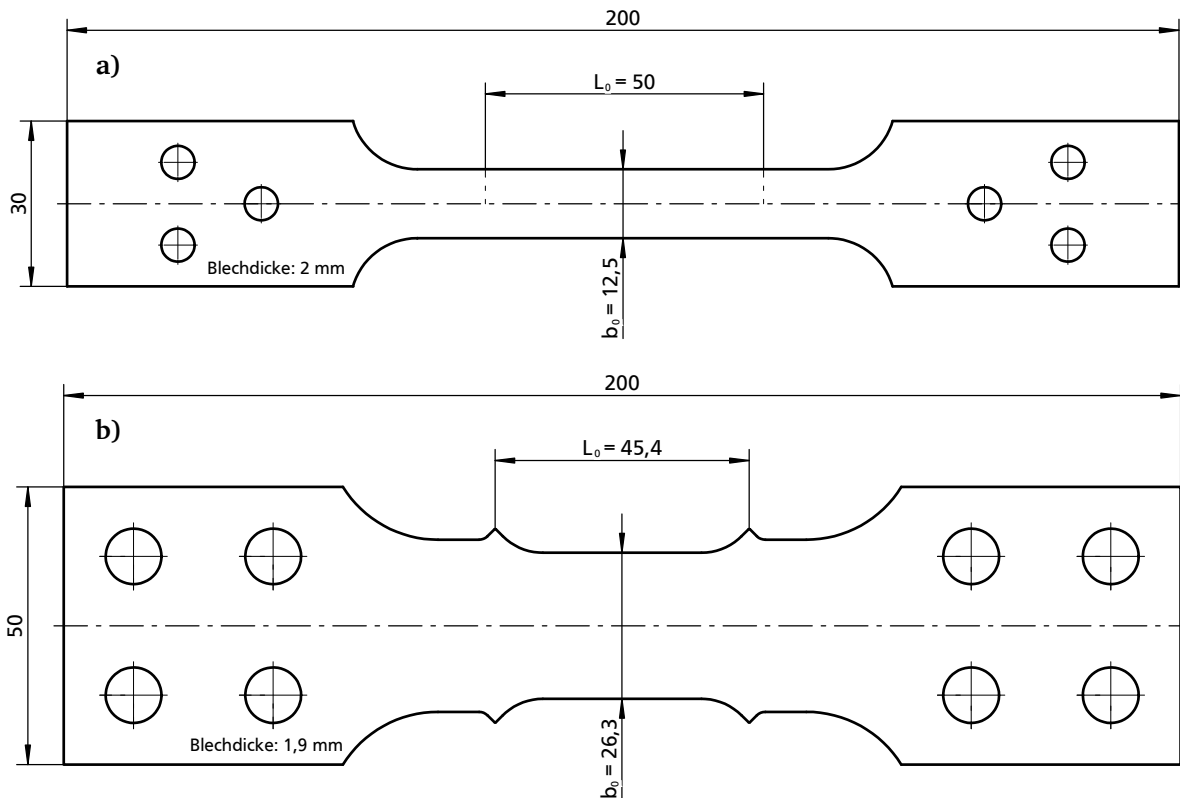


Bild 4.6: Flachprobe für Warmzugversuche (Serie 1) (a), Flachprobe für Warmzugversuche (Serie 2) und Kriechversuche (b)

Die Probenerwärmung erfolgte durch einen 3-Zonen-Konvektionsofen mit Regelung aller drei Zonen. Zur Temperaturmessung und -regelung wurden Pt-Pt/Rh-Thermoelementen (Typ S) eingesetzt, die eine hohe Langzeitstabilität gewährleisteten. Drei Thermoelemente wurden in Probenmitte und im oberen und unteren Bereich zwischen der Probeneinspannung und der Versuchslänge L_0 so angebunden, dass einerseits ein guter thermischer Kontakt mit der Probenoberfläche sichergestellt wurde und andererseits ein Schutz vor direkter Bestrahlung durch die Wärmequelle gewährleistet wurde. Die Kalibrierung der Thermoelemente erfolgte nach einem am IfW entwickelten 4-rangigen Kalibriersystem mit Anbindung an den nationalen Standard (PTB/Braunschweig) [170]. Die Aufzeichnung der gemessenen Temperaturen wird in den Prüflaboren des IfW bereits vor dem Einschalten der Erwärmungseinrichtungen initiiert, so dass der Temperaturverlauf während der Probenerwärmung bei allen Versuchen überwacht und dokumentiert wurde. Ein typischer Temperaturverlauf ist am Beispiel eines Warmzugversuchs bei 700 °C in **Bild 4.7** gezeigt. In der Aufheizphase werden die Proben auf die vorgeschriebene Prüftemperatur erwärmt, wobei es zu gewährleisten ist, dass die Prüftemperatur beim Aufheizen nicht überschritten wird. Dies ließ sich mit Hilfe der verwendeten Konvektionsöfen bei mittleren Aufheizraten von etwa 25 K/min realisieren. Als Ende der Aufheizphase wurde in der vorliegenden Arbeit – und in Anlehnung an den Vorschriften zur Temperaturführung bei isothermen Oxidationsversuchen [171] – das Erreichen von 97 % der

Prüf­temperatur definiert. In einer anschließenden Durwärmphase vor Versuchsbeginn wird die Prüf­temperatur gehalten, um die Probe, die Einspannvorrichtung und das Dehnungsmess­gerät in ein thermisches Gleichgewicht zu bringen. Die Dauer der Durchwärmphase betrug je nach Prüf­temperatur zwischen 1,5 und 3 h.

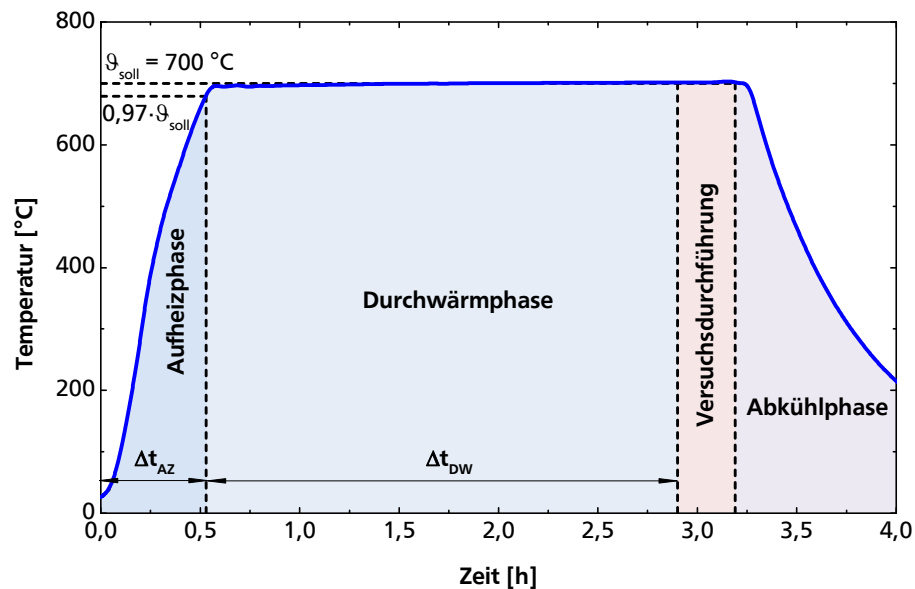


Bild 4.7: Zur Definition der Aufheizdauer Δt_{AZ} und Durchwärmdauer Δt_{DW} bei Warmzug- und Kriechversuchen am Beispiel eines Warmzugversuchs bei 700 °C, $\dot{\epsilon} = 5\%/min$

Kriechversuche

Die Kriechversuche wurden in Zeitstandeinzelprüfmaschinen mit Gewichtsbelastung nach DIN EN ISO 204 durchgeführt. Sowohl die Probenerwärmung, die Temperaturmessung und -regelung als auch die kontinuierliche Messung der Probenverlängerung erfolgten analog zu den Warmzugversuchen.

Ermüdungsversuche an Flachproben

Zur Untersuchung der LCF-Eigenschaften im anwendungsrelevanten Temperaturbereich wurden am IfW isotherme Ermüdungsversuche an Flachproben in Gesamtdehnungsregelung ($R_{\epsilon} = -1$) realisiert. Bei einer derartigen Versuchsführung bauen sich Druckspannungen auf, die insbesondere bei hohen plastischen Dehnungen zu einem Ausknicken der Proben führen können. Um dieses Ausknicken zu vermeiden, waren mehrere konstruktive Maßnahmen notwendig. Einerseits wurde ein knicksteifes, biegespannungsarmes Probeneinspannsystem entwickelt und gebaut, welches eine genaue axiale Ausrichtung erlaubt. Andererseits wurde eine mechanische Führung – eine so genannte Knickstütze – entwickelt, die im Bereich zwischen den Einspannenden „fliegend“ auf die Probe angesetzt wird. Die Knickstütze wurde aus einer spanend bearbeitbaren Glaskeramik gefertigt. Diese wurde so konstruiert, dass im eingebauten Zustand ein Abstand von 0,5 mm zwischen der mittleren Einsatzfläche der Knickstütze

und der Probenoberfläche im Bereich der Prüfzone vorhanden ist. Die Fertigungstoleranzen wurden dabei sehr eng gewählt ($\pm 0,05$ mm). Ohne eine mechanische LCF-Belastung tritt – auch bei thermischer Ausdehnung der Proben oder Oxidschichtbildung bei hoher Temperatur – kein Flächenkontakt auf. Dieser kann nur bei einer ungleichmäßigen plastischen Verformung der Probe während des Versuchs eintreten. Daraus resultierende Reibungskräfte wurden durch Beschichtung der Kontaktflächen mit einem hochtemperaturbeständigen Gleitmittel (Bornitrid) minimiert. Eine Prinzipskizze der Prüfapparatur zeigt **Bild 4.8**.

An dieser Stelle ist anzumerken, dass sich zwei Arten des Ausknickens unter dehnungskontrollierter LCF-Prüfung unterscheiden lassen. Ein plötzliches Ausbeulen aufgrund zu hoher Biege-
dehnungen ergibt sich typischerweise durch eine unangemessene Ausrichtung der Einspannteile oder eine mangelhafte Probenfertigung [172]. Diese Art des Ausknickens tritt bei Flachproben in der Regel bereits bei der ersten Druckbelastung bzw. nach wenigen Lastwechseln

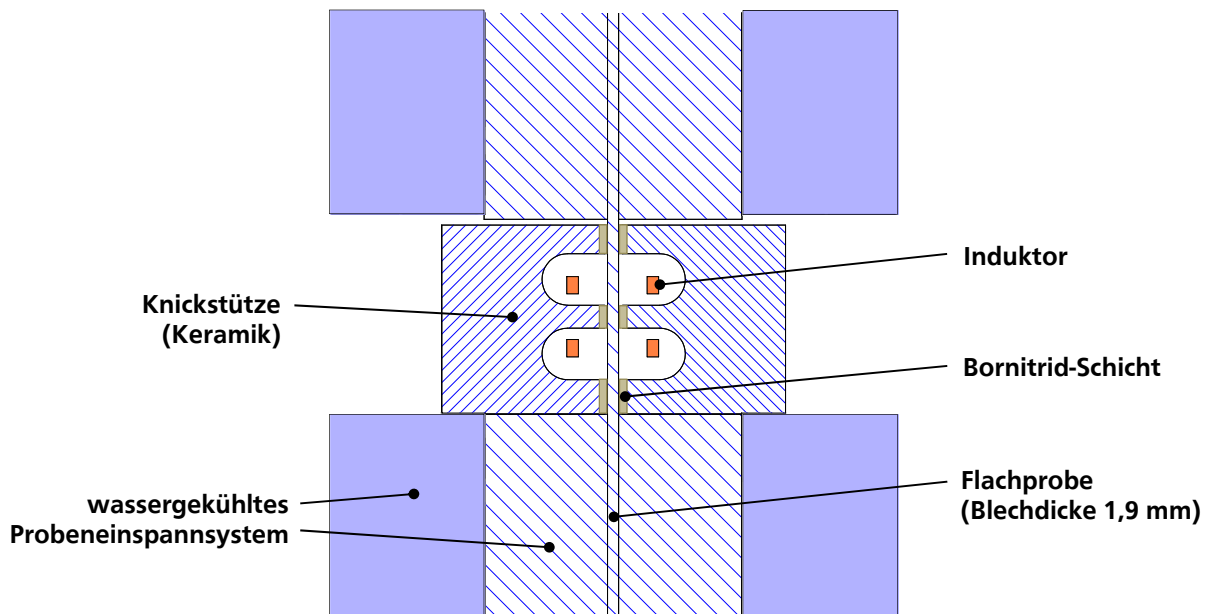


Bild 4.8: Prüfapparatur für Flachproben (Prinzipskizze)

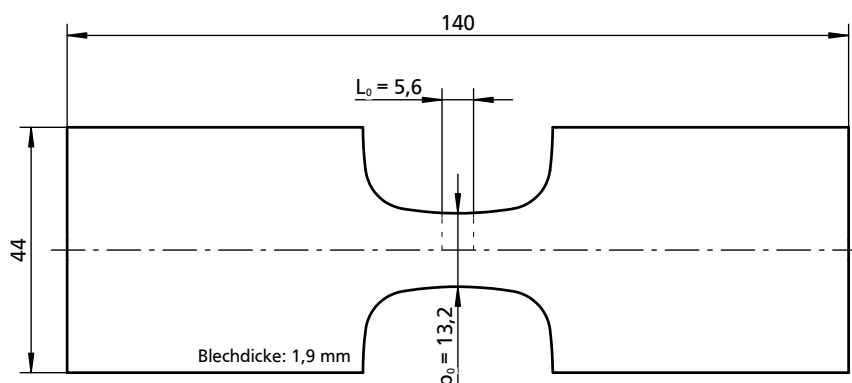


Bild 4.9: Flachprobe für LCF-Versuche

auf. Die zweite Art des Ausknickens hängt mit der Forminstabilität aufgrund einer inhomogenen Schädigung (Mikrorissbildung) zusammen. Diese ist im gewissen Sinne bei einem dehnungsgeregelten LCF-Versuch nicht zu vermeiden, kann aber bei dünnen Flachproben leichter zu einem Versuchsausfall führen als bei formstabileren Probengeometrien (z.B. Rundproben). Das Ausbeulen kann in diesem Fall erst in einem späten Stadium auftreten und vollzieht sich allmählich. Die Knickstütze wurde entwickelt, um die Ausfallgefahr bei dieser zweiten Art des Ausknickens zu minimieren und somit die Anzahl gültiger Lebensdauerpunkte zu erhöhen. Ein frühzeitiges, plötzliches Ausbeulen innerhalb der ersten Zyklen kann damit nicht verhindert werden, weshalb, neben der entwickelten Knickstütze, auch eine genaue Ausrichtung der Einspannteile, eine Einhaltung der Fertigungstoleranzen, eine homogene Temperaturverteilung und ein knicksteifes Design des gesamten Prüfstrangs für die erfolgreiche Durchführung der LCF-Versuche erforderlich waren.

Eine eventuell auftretende Reibung unter Verwendung einer Knickstütze kann das LCF-Versuchsergebnis beeinflussen. Zur Beurteilung wurde einerseits der Elastizitätsmodul betrachtet. Dieser wurde für jede aufgenommene Spannungs-Dehnungs-Hystereseschleife sowohl am Belastungs- als auch am Entlastungsast ausgewertet. In Anlehnung an [173] sollte die Abweichung nicht größer 5 % sein. Ferner wurde kontrolliert, dass beide E-Moduln über der Lastwechselzahl bis etwa 90 % der Anrisswechselzahl nahezu parallel verlaufen, wie am Beispiel eines gültigen Versuchs bei 300 °C in **Bild 4.10a** gezeigt ist. Zur Verifikation der LCF-Prüftechnik wurde auch die Werkstoffantwort in der Erstbelastung mit entsprechenden Spannungs-Dehnungsverläufen aus (Warmzug-)Versuchen verglichen, mit dem Ergebnis, dass der Einsatz der entwickelten Knickstütze zu keinen signifikanten Abweichungen in den mechanischen Kennwerten (Elastizitätsmodul und Fließgrenze) führt (**Bild 4.10b**).

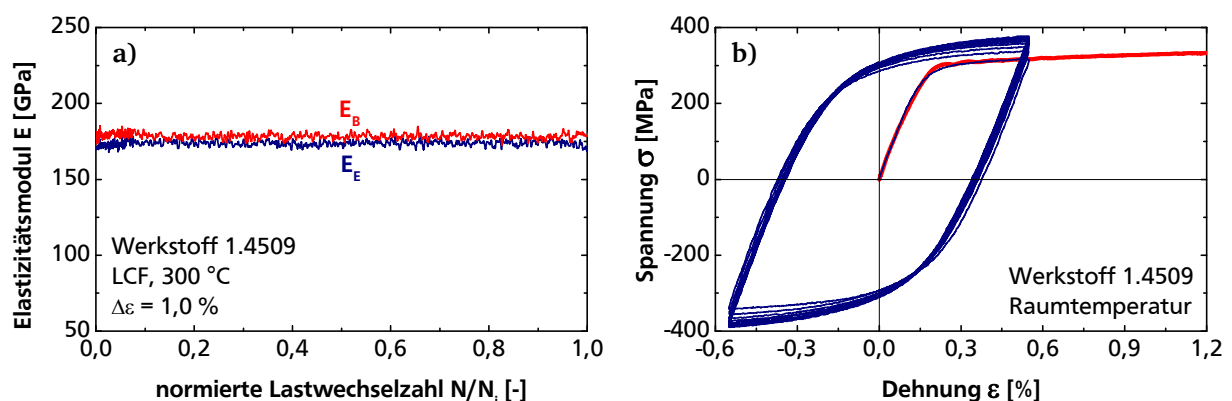


Bild 4.10: Zur Verifikation der entwickelten LCF-Prüftechnik. Verlauf des E-Moduls beim Belasten (E_B) und Entlasten (E_E) über der normierten Lastwechselzahl am Beispiel eines gültigen LCF-Versuchs bei 300 °C, $\Delta\epsilon = 1,0 \%$, $\dot{\epsilon} = 0,6 \%$ /min (a). Vergleich der Erstbelastungskurve mit Spannungs-Dehnungsverläufen aus (Warm-)Zugversuchen (b)

Die Geometrie der Knickstütze wurde so gestaltet, dass die Dehnung über ein Hochtemperaturseitenextensometer mit einer Messlänge $L_0 = 5,6$ mm erfasst werden kann, das auf die Seitenfläche der Flachproben (26,3 mm bzw. 13,2 mm breit, 1,9 mm dick) aufgesetzt wird. Der Prüfaufbau zeigt **Bild 4.11a**.

Die Erwärmung der Flachproben erfolgte mittels magnetischer Induktion. Parallel zur Bereitstellung der Erwärmungseinrichtung wurde eine Wasserkühlung für das Probeneinspannsystem entwickelt und gebaut. Eine Induktionsspule wurde ebenfalls entwickelt und so optimiert, dass eine homogene Temperaturverteilung im Bereich der Messlänge gewährleistet ist. Somit werden bei den LCF-Versuchen axiale Temperaturgradienten von ca. ± 5 °C in der Prüfzone eingehalten (**Bild 4.11b, c**). Die Temperaturregelung erfolgte mit Hilfe von Pt-Pt/Rh-Thermoelementen, die nahe der Prüfzone angeschweißt wurden.

Die dehnungsgeregelten LCF-Versuche an Flachproben wurden in Anlehnung an die Norm ISO 12106 in einer elektromechanischen Dehnwechselprüfmaschine durchgeführt. Die Dehnungsgeschwindigkeit betrug 0,6 %/min bzw. 6 %/min. Die Ermittlung der Anrisswechselzahl erfolgte nach dem Kriterium des 5 %-Abfalls der Maximallast.

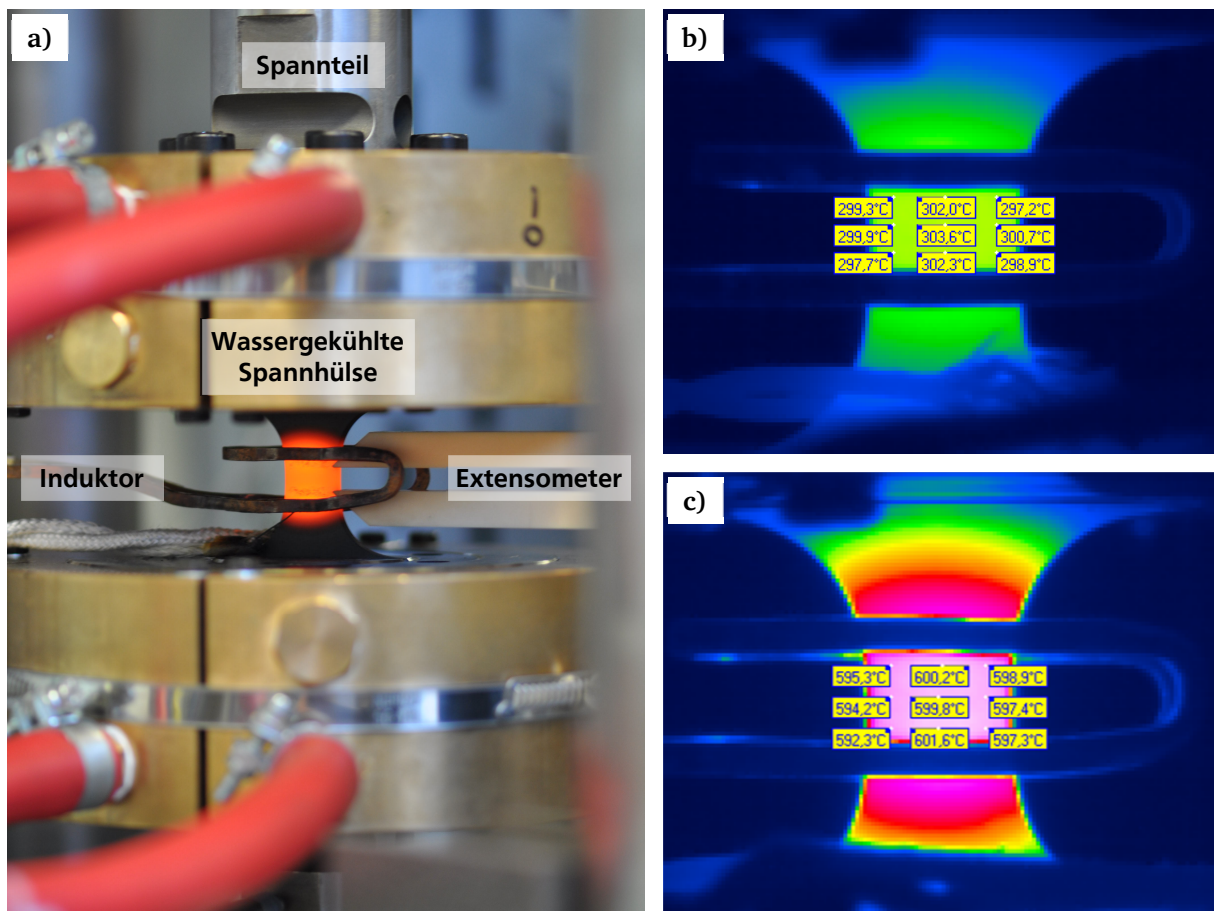


Bild 4.11: Prüfaufbau für LCF-Versuche an Flachproben. Lichtoptische Aufnahme der Prüfeinrichtung, elektromechanische Prüfmaschine (a). Thermographische Aufnahmen während einer Kalibrierungsmessung bei 300 °C (b) und 600 °C (c)

Ermüdungsrisssversuche an Flachproben

Isotherme und anisotherme Ermüdungsrisssversuche an einseitig gekerbten Flachproben (SENT) wurden am IfW zur Untersuchung des Rissverhaltens durchgeführt. Die Rissstartkerben wurden mittels Drahterodieren eingebracht und haben eine Länge von rd. 1 mm und eine Breite von rd. 0,3 mm. Die Versuche erfolgten kraftgeregelt im Dreieckszyklus mit einem Spannungsverhältnis $R_\sigma = -1$. Ein anisothermer Out-of-Phase Versuch wurde dehnungsgeregelt mit einem Dehnungsverhältnis $R_\epsilon = -1$ durchgeführt.

Die Messung des Risswachstums erfolgte mit Hilfe einer Wechselstrompotenzialsonde CGM-7 der Firma Matelect. Ein zwischen Probe und Potenzialsonde angeschlossener Vorverstärker filtert alle Störsignale über einer Frequenz von 10 kHz. Von der Induktionsheizung ($f = 128$ kHz) induzierten Störungen werden somit gefiltert, was die weitgehend rauschfreie Messung des Potenzialsignals bei induktiver Erwärmung ermöglicht. Die Stromzufuhr erfolgte im Abstand von rd. 1 mm von der gekerbten Kante und 4 mm von der Kerbe. Der Potenzialabgriff erfolgte 1 mm von der gekerbten Kante und 1 mm von der Kerbe. Zur Stromzufuhr und Potenzialmessung wurden Platindrähte mit einem Durchmesser von 0,35 mm verwendet. Zum Schutz der Platindrähte kamen Mineralfaserummantelungen zum Einsatz (**Bild 4.12**).

Während der Versuchsdurchführung wurden zu festgelegten Lastwechselzahlen optische Aufnahmen im Bereich der Rissstartkerbe gemacht, die anschließend der Korrelation von Potenzialanstieg und Rissfortschritt dienten. Insgesamt ließ sich zeigen, dass es ein näherungsweise linearer Zusammenhang zwischen Risslänge und Potenzial besteht, was die Erkenntnisse aus früheren Projekten am IfW bestätigte [174, 175].

Bei den anisothermen Rissversuchen wurde die Temperatur im Dreieckszyklus mit einer konstanten Temperaturrate gefahren. Die Regelung eines solchen Temperaturzyklus stellte sich im untersuchten Bereich zwischen 400 °C und 700 °C als große Herausforderung dar. Als Ursache hierfür wurde die magnetische Umwandlung beim Überschreiten der Curie-Temperatur identifiziert. Dieses Phänomen wird im Abschnitt 5.1 näher behandelt. Die Curie-Temperatur,

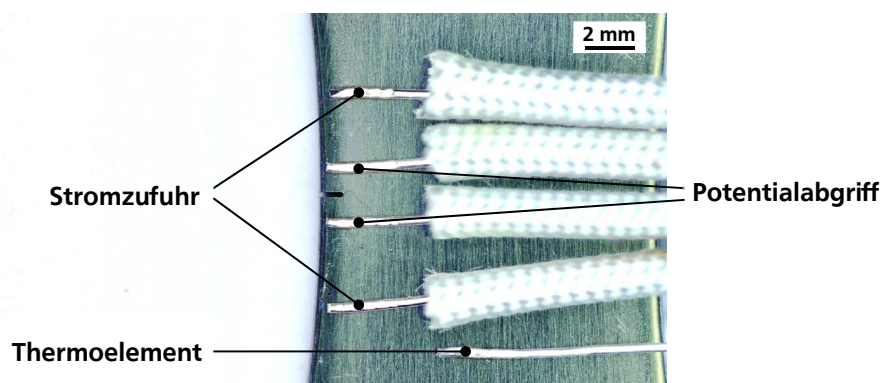


Bild 4.12: Potenzialabgriff an SENT-Flachproben

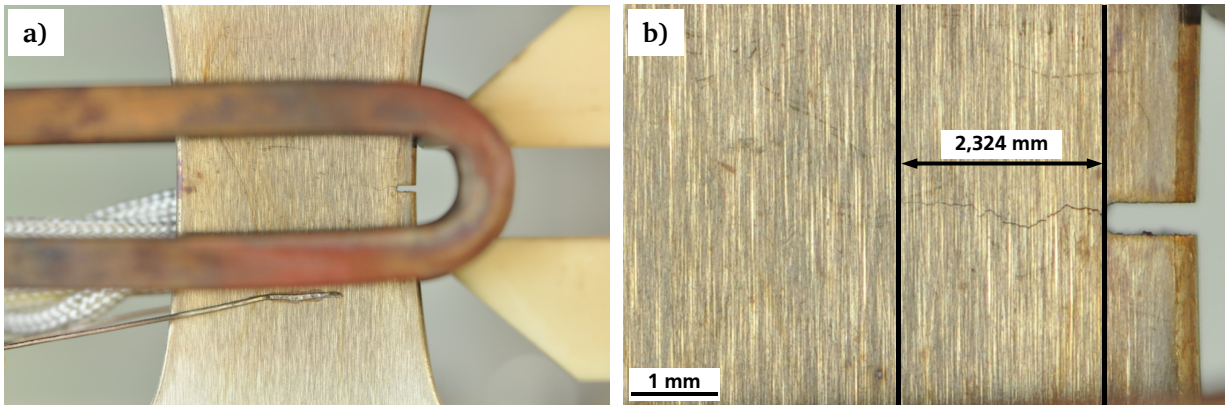


Bild 4.13: Isothermer kraft geregelter Ermüdungsrissversuch bei $\Theta = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\Delta\sigma = 309,6\text{ MPa}$. Optische Aufnahme bei laufendem Versuch, $N = 26347$, $F \approx F_{\max}$ (a); Detail aus Bild a, Vermessung der momentanen Risslänge (b)

die für den Werkstoff 1.4509 etwa $670\text{ }^{\circ}\text{C}$ beträgt, wird im untersuchten Temperaturbereich in einem TMF-Zyklus zweimal durchlaufen, so dass sowohl für die Aufheiz- als auch für die Abkühlphase eine aufwendige Optimierung der Regelparameter von der Induktionsheizung erforderlich war. Es ließen sich Rampen mit einer Temperaturrate von 6 K/s realisieren, was bei einer Temperaturschwingbreite von 300 K eine Zyklusdauer von 100 s entspricht. Weiterhin erwies sich die Potenzialmessung als schwierig, weil es beim Überschreiten der Curie-Temperatur zu einem schlagartigen Abfall des Potenzials kam (**Bild 4.14**), der vermutlich durch eine Erhöhung des elektrischen Widerstands im Werkstoff bedingt ist. Durch Optimierung der Einstellungsparameter der Potenzialsonde (Strom, Frequenz, Verstärkung) war es aber möglich, das Risswachstum über die Potenzialmessung auch unter anisothermen Bedingungen zu erfassen.

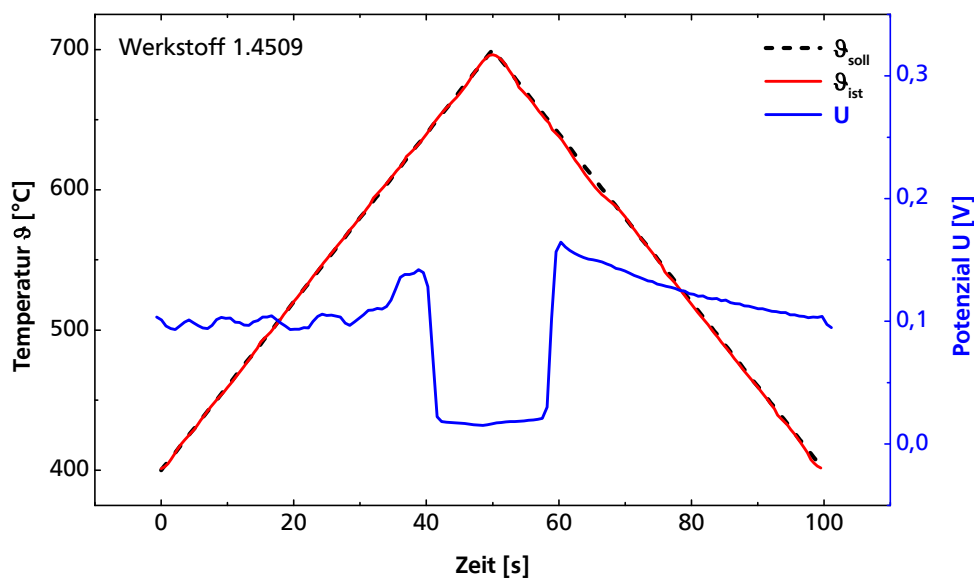


Bild 4.14: Verlauf der Solltemperatur Θ_{soll} , der gemessenen Temperatur Θ_{ist} und des Potenzials U für einen TMF-Zyklus nach Optimierung des Temperaturzyklus

Ermüdungsversuche an Rohrproben

Isotherme und anisotherme Ermüdungsversuche an Rohrproben erfolgten durch das Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik (IWM)⁵. Hierbei kamen aus dem Blech gebogene längsnaht-geschweißte Rohre zum Einsatz. Die Herstellung der Rohre erfolgte durch Kaltbiegen der 2 mm dicken Bleche zu Rohren mit einem Außendurchmesser von 16 mm. Durch das Biegen werden plastische Dehnungen von etwa 15 % in die Oberflächenbereiche des Blechs, über den Querschnitt im Mittel 7,5 % eingebracht. Die Rohre wurden per Laser ohne Schweißzusatzwerkstoff längsnahtgeschweißt und in der Messlänge durch überdrehen auf einer Länge von 12 mm tailliert. Anschließend wurde die Oberfläche in der Messlänge geschliffen. Die Rohrin-nenseite blieb unbearbeitet. Die Blechdicke in der Messlänge beträgt 1,0 mm.

Die Beheizung erfolgte induktiv mit einer Hochfrequenz-Induktionsanlage. Die Dehnung der Proben wurde mittels eines Hochtemperaturseitenextensometers mit einer Messlänge $L_0 = 10$ mm gemessen und geregelt. Die Temperatur wurde mit umgelegten und vorgespannten Thermoelementen gemessen und geregelt. Weitere Details zu der am IWM verwendeten Rohrproben-Prüftechnik sind in [169] zu finden.

Oxidationsversuche

Zur Untersuchung des Oxidationsverhaltens wurden am IfW isotherme Oxidationsversuche durchgeführt. Die Vorgehensweise bei Probenpräparation, Versuchsdurchführung und Versuchsauswertung wurde in Anlehnung an den Normentwurf ISO/TC 156 CD 21608 [171] festgelegt. Die Proben (10 mm breit, 20 mm lang, 1,9 mm dick) wurden mit einer Bohrung (Durchmesser rd. 2 mm) nahe der Kante versehen, um diese im Glühofen aufhängen zu können. Tiegel und Stäbe aus Aluminiumoxid dienten der Abstützung der Proben und wurden so gestaltet, dass die Oxidationsprodukte während des Versuchs aufgefangen werden und für weitere Untersuchungen zur Verfügung stehen (**Bild 4.15**). Die Probenpräparation und Versuchsvorbereitung beinhaltete folgende Schritte:

- Schleifen der Proben mit SiC Papier auf Körnung 1200
- Abrunden von scharfen Kanten
- Vermessen der Proben an 5 Positionen für die Dicke und jeweils 3 Positionen für die Länge und Breite (Genauigkeit von $\pm 0,001$ mm)

⁵ Dem IWM wird für die Bereitstellung der Versuchsdaten gedankt.

- Entfetten der Proben und Tiegel vor der Oxidation mit Isopropanol im Ultraschall-Bad
- Wiegen der Proben vor der Oxidation mit einer Genauigkeit von 0,01 mg (mindestens 3 Messungen je Probe, Abweichung zwischen Messungen ist kleiner 0,05 mg)
- Erhitzen der Tiegel und Stäbe auf 300 °C für 24 h zur Beseitigung von eventuell absorbiertem Wasser
- Wiegen der Tiegel und Stäbe mit einer Genauigkeit von 0,1 mg (mindestens 3 Messungen, die Abweichung ist kleiner als 0,1 mg)

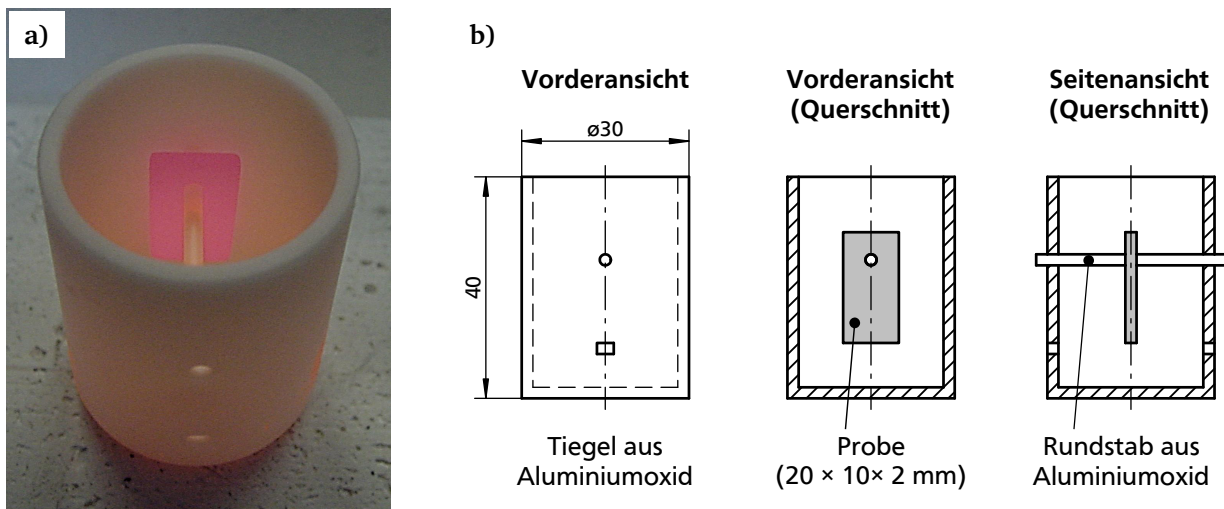


Bild 4.15: Probengeometrie und Abstützung für Oxidationsversuche. Kontinuierlicher Oxidationsversuch, $\vartheta = 900$ °C, $t_{\text{ox}} = 1047$ h, lichtoptische Aufnahme unmittelbar nach Versuchsausbau (a). Schematische Darstellung (b)

Die Durchführung der Oxidationsversuche erfolgte an ruhender Luft. Es wurden sowohl kontinuierliche als auch unterbrochene Versuche durchgeführt, bei denen die Proben zu festgelegten Ziellaufzeiten ausgebaut, gewogen und wieder eingebaut wurden. Nach jedem Ausbau wurden auch die Tiegel gewogen. Somit ließ sich die Masseänderung der Proben, der abgeplatzten Oxidationsprodukte sowie die Gesamtmasseänderung in Abhängigkeit von der Oxidationszeit bestimmen.

5 Experimentelle Bestimmung des Werkstoffverhaltens

5.1 Thermophysikalische Eigenschaften

Thermophysikalische Eigenschaften werden im Rahmen von thermomechanischen Simulationsrechnungen beispielsweise zur Berechnung von Temperaturgradienten oder der Wärmeausdehnungen im Bauteil benötigt. Ferner kann die Bestimmung der Temperaturabhängigkeit von thermophysikalischen Eigenschaften – insbesondere von der spezifischen Wärmekapazität – thermisch induzierte Werkstoffveränderungen wie Phasenumwandlungen oder ein Wechsel des magnetischen Verhaltens aufklären, und die entsprechenden Übergangstemperaturen lassen sich daraus ableiten.

Die Untersuchung der thermophysikalischen Eigenschaften des ferritischen Blechwerkstoffes 1.4509 erfolgte durch das Fraunhofer IWM⁶ und beinhaltete die Ermittlung der temperaturabhängigen spezifischen Wärmekapazität, des linearen Wärmeausdehnungskoeffizienten, der Dichte und der Wärmeleitfähigkeit.

Spezifische Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität c_p wurde mit einem Wärmestrom-Differenz Kalorimeter (DSC) vom Typ Netzsch DSC 404 bestimmt. Der Werkstoff durchläuft bei etwa 670 °C einen Übergang vom ferromagnetischen zum paramagnetischen Zustand, gekennzeichnet durch einen Anstieg und eine diskontinuierliche Änderung im Verlauf der Wärmekapazität über der Temperatur. Es handelt sich dabei um eine Umwandlung 2. Ordnung, die beim Erreichen der Curie-Temperatur stattfindet und aufgrund der Form des Kurvenverlaufs auch als λ -Umwandlung bezeichnet wird [176]. Der gemessene Verlauf ist in **Bild 5.1** abgebildet.

Thermische Dehnung

Die thermische Dehnung wurde in einem Dilatometer vom Typ NETZSCH DIL 402 ermittelt. Zur Ermittlung des Wärmeausdehnungskoeffizienten wurden die Proben von einer Referenztemperatur ϑ_0 von 20 °C mit jeweils 5 K/min bis 850 °C erhitzt, 15 min gehalten und mit 5 K/min abgekühlt. Auf Basis der Messung der Probenverlängerung $\Delta L(T)$ wurde der lineare technische Wärmeausdehnungskoeffizient $\bar{\alpha}_l$ mit Hilfe der Beziehung

⁶ Dem IWM wird für die Bereitstellung der Daten gedankt.

$$\bar{\alpha}_l(T, T_0) = \frac{\Delta L(T)}{L_0 \cdot \Delta T} = \frac{L(T) - L_0}{L_0 \cdot (T - T_0)} \quad (5.1)$$

ermittelt, wobei L_0 die Anfangsprobenlänge darstellt. Der im **Bild 5.2** gezeigte Verlauf ergab sich durch arithmetische Mittelwertbildung der im zweiten und dritten Zyklus ermittelten Werte. Mit steigender Temperatur nimmt der Wärmeausdehnungskoeffizient bis 350 °C nahezu linear von etwa $10,7 \cdot 10^{-6}$ bis $11,7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ zu. Zwischen 350 und 500 °C ist ein Plateau im Verlauf des linearen Wärmeausdehnungskoeffizienten zu erkennen. Oberhalb der Curie-Temperatur zeigt sich wiederum – in Übereinstimmung mit Literaturangaben [90] – ein deutlicher Anstieg. Die gemessenen Werte stimmen mit Datenblatt-Angaben gut überein.

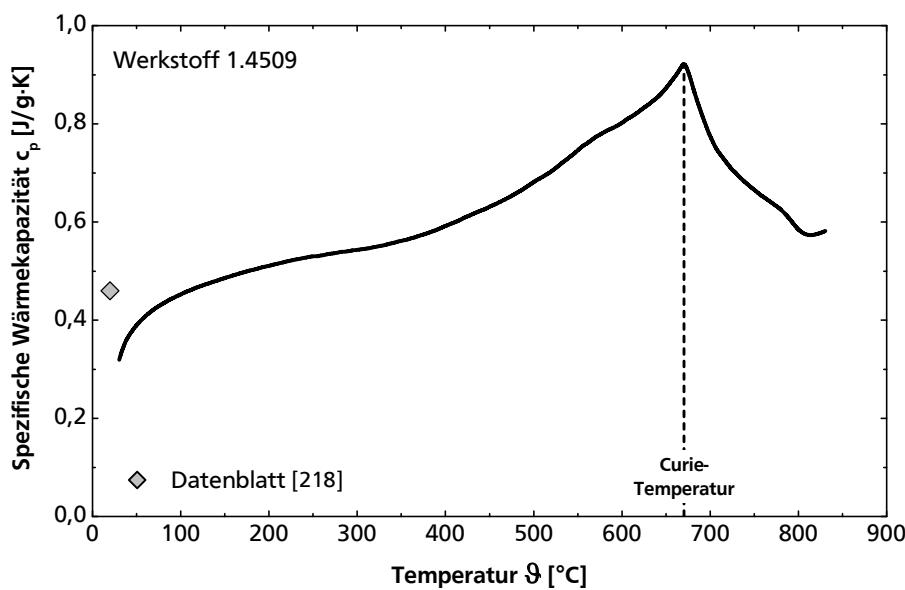


Bild 5.1: Temperaturabhängigkeit der spezifischen Wärmekapazität des Werkstoffes 1.4509

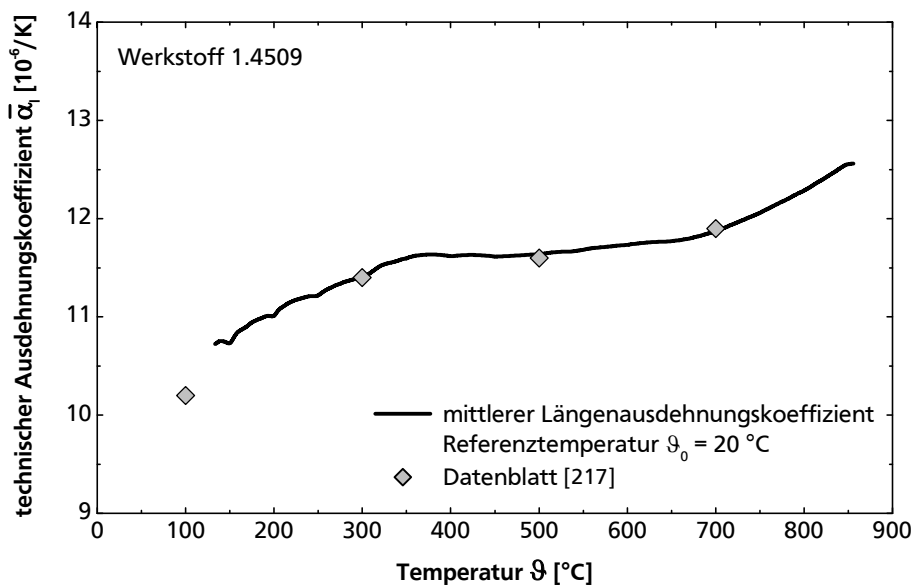


Bild 5.2: Gemessene Temperaturabhängigkeit des Wärmeausdehnungskoeffizienten des Werkstoffes 1.4509 (durchgezogene Linie) im Vergleich zu Datenblatt-Angaben (Symbole)

Temperaturabhängige Dichte

Die Dichte bei Raumtemperatur wurde zu $7,61 \text{ g/cm}^3$ bestimmt. Hierzu wurden eine Mikrometerschraube zur Vermessung der Blechdicke, eine digitale Schieblehre zur Vermessung der Seitenlängen und eine Feinwaage zur Massenbestimmung verwendet. Unter der Annahme einer isotropen thermischen Ausdehnung des ferritischen Blechwerkstoffs 1.4509 ließe sich die temperaturabhängige Dichte aus der Raumtemperatur-Dichte ρ_0 und dem temperaturabhängigen linearen Ausdehnungskoeffizienten gemäß folgender Beziehung berechnen:

$$\rho(T) = \frac{\rho_0}{1 + 3\bar{\alpha}_1 \cdot (T - T_0)} \quad (5.2)$$

Wärmeleitfähigkeit

Die Wärmeleitfähigkeit λ wird aus der Temperaturleitfähigkeit a , der Wärmekapazität c_p und der Dichte ρ in Abhängigkeit von der Temperatur gemäß der folgenden Beziehung berechnet:

$$\lambda(T) = a(T) \cdot c_p(T) \cdot \rho(T) \quad (5.3)$$

Die Temperaturleitfähigkeit wurde mit einer Laser-Flash-Analyse (LFA) mit einem Gerät vom Typ Netzsch LFA 427 bestimmt. Der Verlauf der Wärmeleitfähigkeit über der Temperatur ist in **Bild 5.3** dargestellt. Die Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit ließ sich mit Hilfe der Potenzfunktion

$$\lambda(T) = 13,567 \cdot (T - 273)^{0,0755} \text{ [W/mK]} \quad (5.4)$$

gut beschreiben.

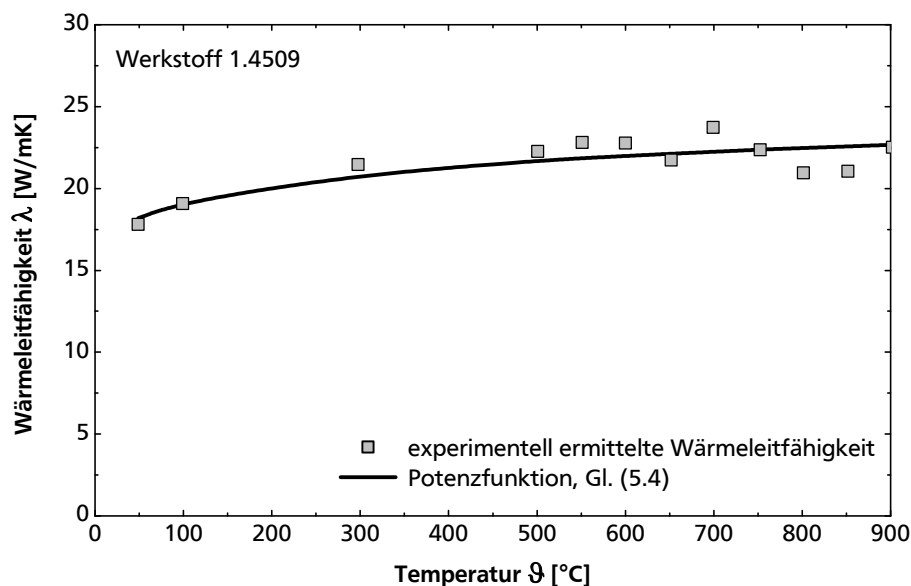


Bild 5.3: Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit des Werkstoffes 1.4509

5.2 Quasistatisches Kurzzeitverhalten

Zur Charakterisierung des quasistatischen Kurzzeitverhaltens des ferritischen Blechwerkstoffes 1.4509 wurden Warmzugversuche im Temperaturbereich von RT bis 900°C durchgeführt. Eine Übersicht der durchgeführten Experimente und die ermittelte quasistatische Kurzzeitkennwerte sind in **Tabelle A.2** und **Tabelle A.3** im Anhang aufgeführt. Eine Auswahl von gemessenen Spannungs-Dehnungs-Verläufen bei konstanten Dehnungsgeschwindigkeiten von 0,5 und 5 %/min sind in **Bild 5.4** gezeigt.

Im untersuchten Verformungsgeschwindigkeitsbereich zeigt der Werkstoff 1.4509 eine ausgeprägte **Temperaturabhängigkeit der Festigkeitskennwerte**, was **Bild 5.5** am Beispiel der 0,2%-Dehngrenze und der Zugfestigkeit veranschaulicht. Neben den experimentell ermittelten Festigkeitskennwerten (offene bzw. halbe Symbole) sind in Bild 5.5 sowohl Mindest- bzw. Richtwerte nach EN 10088-2 als auch Werte verschiedener Datenblätter aufgetragen (volle Symbole). Die gemessenen Festigkeitskennwerte stimmen mit den Norm- bzw. Datenblatt-Angaben gut überein. Die Festigkeitskennwerte gehen mit steigender Temperatur kontinuierlich zurück, wobei für Temperaturen $\vartheta > 600\text{ °C}$ ein ausgeprägter Abfall zu erkennen ist. Dieser ist im Verlauf der Zugfestigkeit über der Temperatur steiler, was darauf zurückzuführen ist, dass auch das Dehnungsverfestigungsvermögen in diesem oberen Temperaturbereich zurückgeht.

Um eine Aussage über die Streuung der Festigkeitskennwerte zu treffen, wurde der ferritische Blechwerkstoff bei ausgewählten Temperaturen – nämlich RT, 400 und 700 °C – mehrfach im Warmzugversuch untersucht. Die Streuung der Festigkeitskennwerte ist bei RT und 400 °C

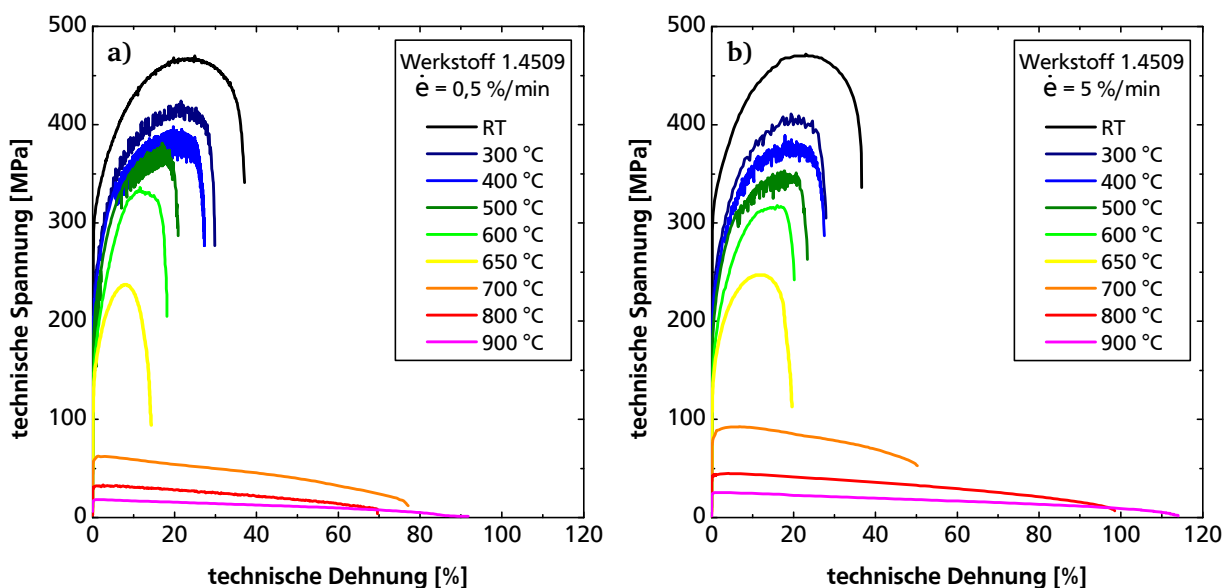


Bild 5.4: Spannungs-Dehnungs-Verläufe aus bis Bruch durchgeführten Warmzugversuchen mit konstanten Dehnraten von 0,5 %/min (a) und 5 %/min (b)

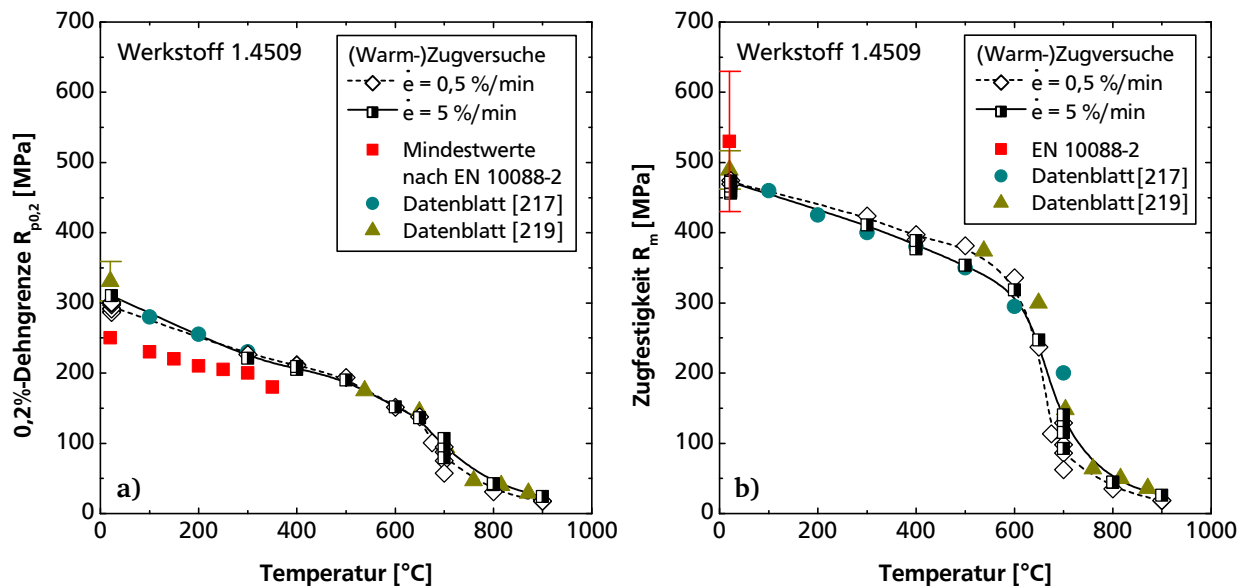


Bild 5.5: Temperaturabhängigkeit der experimentell ermittelten 0,2%-Dehngrenze (a) und der Zugfestigkeit (b) im Vergleich zu Norm- und Datenblatt-Angaben

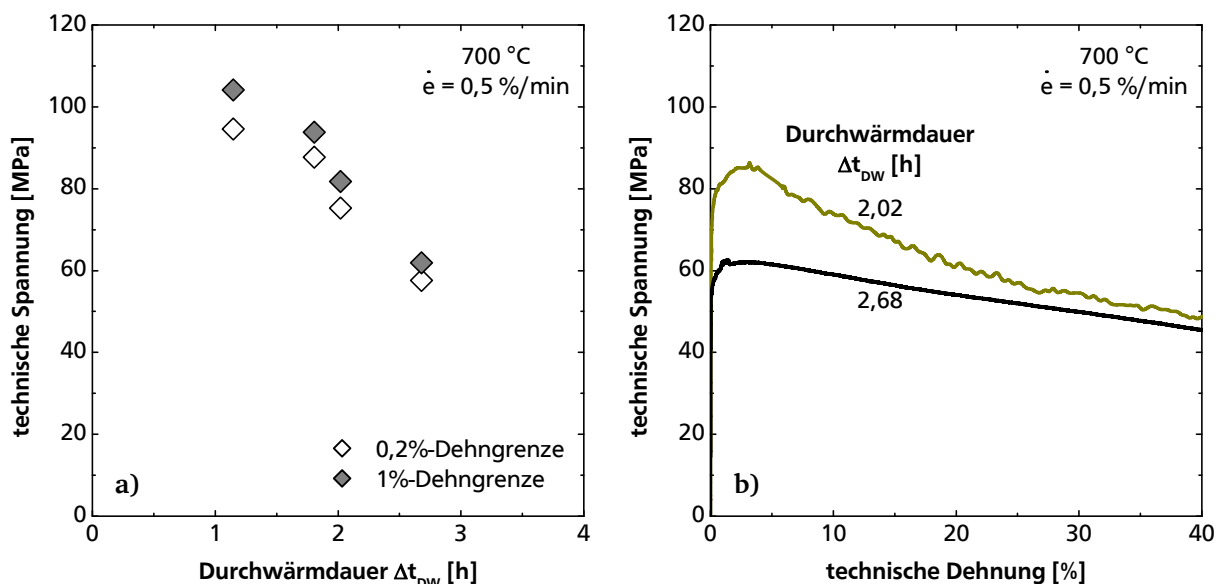


Bild 5.6: Abhängigkeit der Festigkeitskennwerte von der vorausgehenden Durchwärmdauer bei 700°C am Beispiel der Warmzugversuche bei niedriger Dehnrage von 0,5 %/min. Verlauf der 0,2%- und 1%-Dehngrenze über der Durchwärmdauer (a). Beispiel der bei hohen plastischen Dehnungen konvergierenden Spannungs-Dehnungs-Verläufe (b)

insgesamt gering. Bei 700°C wurden andererseits relativ hohe Streuungen beobachtet. Um der Vermutung nachzugehen, dass bei dieser Temperatur bereits in der Aufheiz- und Durchwärmphase vor Versuchsbeginn sich eine zeitabhängige Gefügeveränderung vollzieht, welche der signifikanten Streuung in den Spannungswerten zugrunde liegt, wurde die Abhängigkeit der Festigkeitskennwerte von der Durchwärmdauer ausgewertet. Das Ergebnis ist am Beispiel der 0,2%- und 1%-Dehngrenze bei der niedrigen Dehnrage von 0,5 %/min in **Bild 5.6a** dargestellt. Die Durchwärmdauer wurde dabei entsprechend der im Abschnitt 4.3 angegebenen Definition ermittelt (Bild 4.7). Es zeigt sich ein deutlicher Einfluss der Durchwärmdauer auf die

Dehngrenzen, wobei eine um etwa 1,5 h längere Durchwärmzeit zu einem Festigkeitsverlust von etwa 40 % führt. Ferner geht aus dieser Auftragung hervor, dass die Festigkeitswerte bei längeren Durchwärmzeiten einen Sättigungswert erreichen. Weiterhin lässt sich feststellen, dass die Werkstoffantwort – unabhängig von der vorausgehenden thermischen Auslagerung während der Aufheiz- und Durchwärmphase – bei hinreichend langen Versuchszeiten und hohen plastischen Verformungen konvergiert, was am Beispiel der Spannungs-Dehnungs-Kurven aus zwei Versuchen mit unterschiedlichen Durchwärmzeiten von jeweils 2,02 und 2,68 h in **Bild 5.6b** dargestellt ist.

Der Werkstoff 1.4509 zeigt je nach Temperatur eine unterschiedliche **Dehnratenabhängigkeit der Festigkeitskennwerte**. Bei Temperaturen von 300 bis 600 °C lassen sich aus den mit niedriger Dehnrates durchgeführten Versuchen tendenziell höhere Festigkeitswerte ermitteln. In diesem Temperaturbereich weisen die Spannungs-Dehnungs-Verläufe wiederholte Lastschwankungen auf (PLC-Effekt). Die negative Dehnratenabhängigkeit der Spannungswerte und das instabile plastische Fließen weisen auf das Auftreten dynamischer Reckalterungsprozesse hin. An dieser Stelle sei angemerkt, dass die Lastabfälle („Zähnungen“) in den Fließkurven unregelmäßig verlaufen und kein einheitliches Bild zeigen. In Anlehnung an Pink *et al.* [177] lässt dies vermuten, dass interstitiell gelöste Fremdatome an dem Reckalterungsprozess beteiligt sind. Oberhalb etwa 600 °C zeigt sich hingegen eine positive Dehnratenabhängigkeit der Festigkeitskennwerte. Dieses Verhalten ist am Beispiel von Versuchen bei 500 und 700 °C in **Bild 5.7** vergleichend dargestellt. Es ist dabei anzumerken, dass im Bereich negativer Dehnratenabhängigkeit der Unterschied in den Festigkeitskennwerten zwischen niedriger und

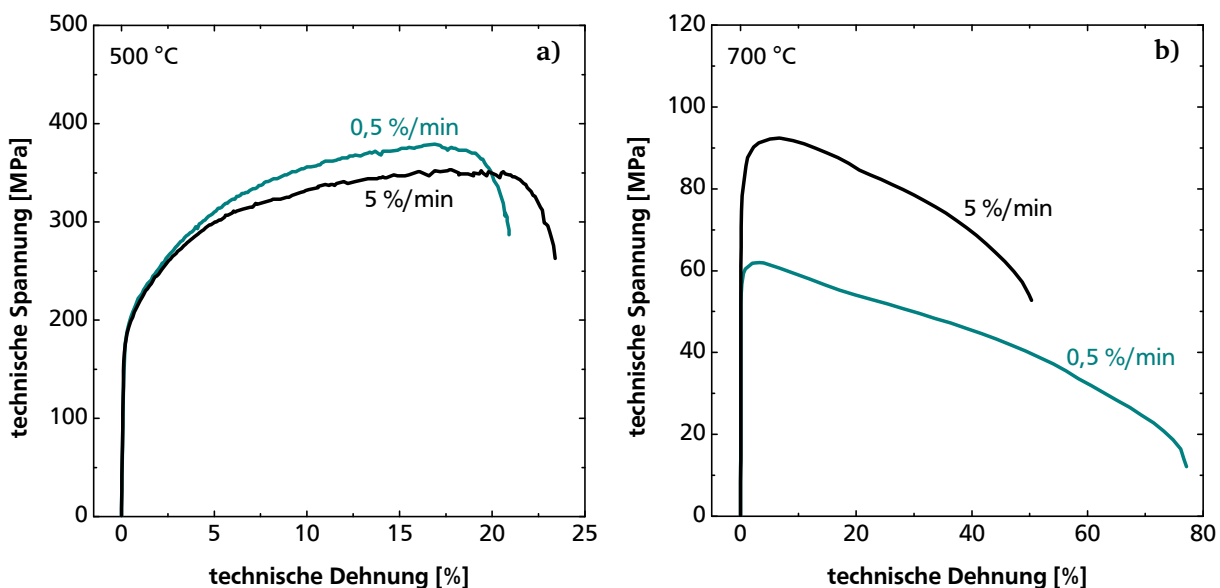


Bild 5.7: Negative Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung im mittleren Temperaturbereich am Beispiel von Warmzugversuchen bei 500 °C (zur besseren Visualisierung Lastabfälle aufgrund dynamischer Reckalterung herausgefiltert) (a). Positive Dehnratenabhängigkeit im oberen Temperaturbereich am Beispiel von Warmzugversuchen bei 700 °C

hoher Dehnrates mit der Dehnung kontinuierlich zunimmt und beim Erreichen der Gleichmaßdehnung maximal wird. Der verfestigende Mechanismus in diesem Fall hängt nicht nur von der Verformungsgeschwindigkeit sondern auch stark von der Höhe der plastischen Verformung ab. Folglich ist im Temperaturbereich von 300 bis 600 °C vielmehr eine negative Dehnratenabhängigkeit der Verfestigungsrate festzustellen. Bei Temperaturen von 700 °C und höher stellen sich dagegen bereits zu Fließbeginn und bei entsprechend niedrigen plastischen Dehnungen signifikante Festigkeitsunterschiede zwischen niedriger und hoher Dehnrates ein.

Zu einer quantitativen Aussage über die Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung bei einer bestimmten Temperatur und Verformungsgeschwindigkeit gelangt man über den Ausdruck

$$\beta_e = \frac{d\sigma}{d \ln \dot{\epsilon}}. \quad (5.5)$$

Die Größe β_e wird als natürliche semilogarithmische Dehnratenempfindlichkeit bezeichnet und wurde in der vorliegenden Arbeit auf Basis der Spannungs-Dehnungs-Verläufe aus Warmzugversuchen mit konstanter Gesamtdehnrates von $\dot{\epsilon}_1 = 0,5\%/min$ und $\dot{\epsilon}_2 = 5\%/min$ näherungsweise mit Hilfe der Beziehung

$$\beta_e \approx \frac{\sigma(\dot{\epsilon}_2) - \sigma(\dot{\epsilon}_1)}{\ln \dot{\epsilon}_2 - \ln \dot{\epsilon}_1} \quad (5.6)$$

berechnet. Die wahren Fließspannungswerte werden bei definierten wahren plastischen Dehnungen ermittelt. Dabei ist zu beachten, dass bei plastischen Dehnungen oberhalb etwa 10 % der Einfluss der adiabatischen Probenerwärmung zu berücksichtigen ist [178], weshalb in der vorliegenden Arbeit die Fließspannungen bis zu einer maximalen inelastischen Dehnung von 1 % zur Ermittlung der Dehnratenempfindlichkeit betrachtet wurden. Die bei plastischen Dehnungen von 0,2 und 0,5 % ermittelten Werte der Dehnratenempfindlichkeit in Abhängigkeit von der Temperatur sind in **Bild 5.8a** dargestellt. Bei Raumtemperatur zeigt sich eine relativ hohe positive Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung. Bei Temperaturen zwischen etwa 150 und 600 °C lässt sich ein Bereich mit negativer Dehnratenempfindlichkeit erkennen, was auf das Auftreten dynamischer Reckalterungsprozesse im untersuchten Verformungsgeschwindigkeitsbereich hinweist. In guter Übereinstimmung mit der Theorie [105, 106, 179], zeigt der Werkstoff 1.4509 ein instabiles plastisches Fließen (PLC-Effekt) unter monotoner Belastung nur im Temperaturbereich negativer Dehnratenempfindlichkeit, wie **Bild 5.8b** am Beispiel der Spannungs-Dehnungs-Verläufe aus Warmzugversuchen bei einer Dehnrates von 5 %/min zeigt. Oberhalb 600 °C nimmt die Dehnratenempfindlichkeit wieder positive Werte an, was auf der Überlagerung von Kriechverformungsprozessen zurückzuführen ist, die bei den hohen Temperaturen aktiviert werden.

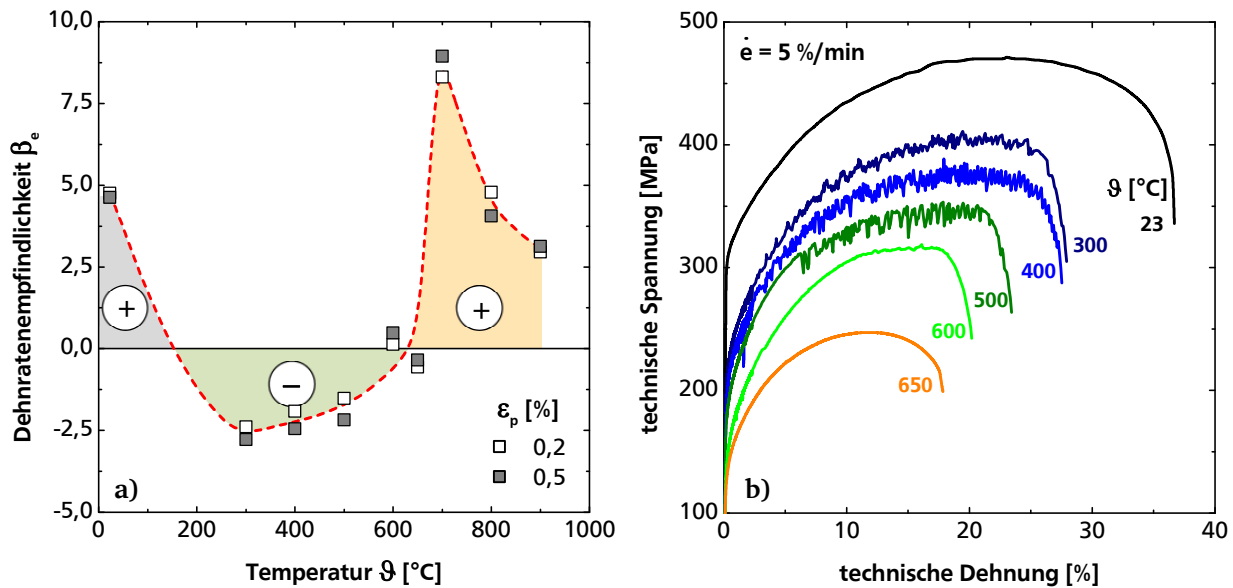


Bild 5.8: Verlauf der natürlichen semilogarithmischen Dehnratenempfindlichkeit über der Temperatur, ermittelt aus Warmzugversuchen mit konstanter Dehnrate von 0,5 und 5 %/min bei plastischen Dehnungen von 0,2 und 0,5 %, Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 900 °C (a). Spannungs-Dehnungs-Verläufe aus Warmzugversuchen mit einer konstanten Dehnrate von 5 %/min (b)

Die **Duktilität** des Werkstoffes 1.4509 unter quasistatischer Kurzzeitbeanspruchung zeigt eine besondere Abhängigkeit von Temperatur und Verformungsgeschwindigkeit. Das Verformungsvermögen bis zum Eintritt des Versagens lässt sich auf Basis von Warmzugversuchen über die Bruchdehnung und Brucheinschnürung charakterisieren (**Bild 5.9**). Bei RT liegen diese Duktilitätskennwerte bei etwa 40 % und nehmen bis etwa 650 °C mit steigender Temperatur ab. In diesem Temperaturbereich zeigen sich ausschließlich scherschlächtige Brüche unter etwa 45° zur Zugrichtung (**Bild 5.10a**). Diese Neigung der Bruchfläche deutet darauf hin, dass der Probenbruch in diesem Temperaturbereich – zumindest teilweise – infolge kristallographischer Gleitung unter der Wirkung der maximalen Schubspannung hervorgerufen wird. Somit und aufgrund der relativ hohen Bruchdehnungen lässt sich ein duktiles Scherbruchverhalten des Blechwerkstoffes 1.4509 bis 650 °C feststellen. Es ist dabei anzumerken, dass – im vorliegenden Fall eines dünnen Blechs – die geringe Wandstärke das Scherbruchverhalten begünstigt. Dies hängt damit zusammen, dass sich senkrecht zur Blechebene – d. h. in Richtung der Blechnormale – nur eine geringe Spannung aufbauen kann. Folglich lässt sich ein annähernd ebener Spannungszustand über der gesamten Blechdicke unterstellen und die Schubbruchbedingung ist daher durchgehend erfüllt [180, 181].

Im untersuchten Parameterbereich wurde ein Minimum der Bruchdehnung bei 650 °C gemessen. Oberhalb 650 °C nimmt die Duktilität – entsprechend der zuvor beschriebenen Festigkeitsabnahme – deutlich zu. Bei 700, 800 und 900 °C traten ausschließlich Einschnürbrüche auf (**Bild 5.10b**). Dieses temperaturabhängige Bruchverhalten wurde sowohl bei der niedri-

gen Dehnrates (0,5 %/min) als auch bei der hohen Dehnrates (5 %/min) beobachtet. Einen nennenswerten Einfluss der Dehnrates auf die Duktilitätskennwerte ist bei Temperaturen oberhalb 500 °C zu beobachten. Insgesamt werden bei der hohen Dehnrates größere Bruchdehnungen und -einschnürungen gemessen. Eine Ausnahme stellen jedoch die Versuche bei 700 °C dar, die höhere Verformungskennwerte bei niedriger Dehnrates zeigen. Die Ursache für diese Anomalie liegt in einer zeitabhängigen Duktilitätssteigerung, die im Abschnitt 5.3 beschrieben wird.

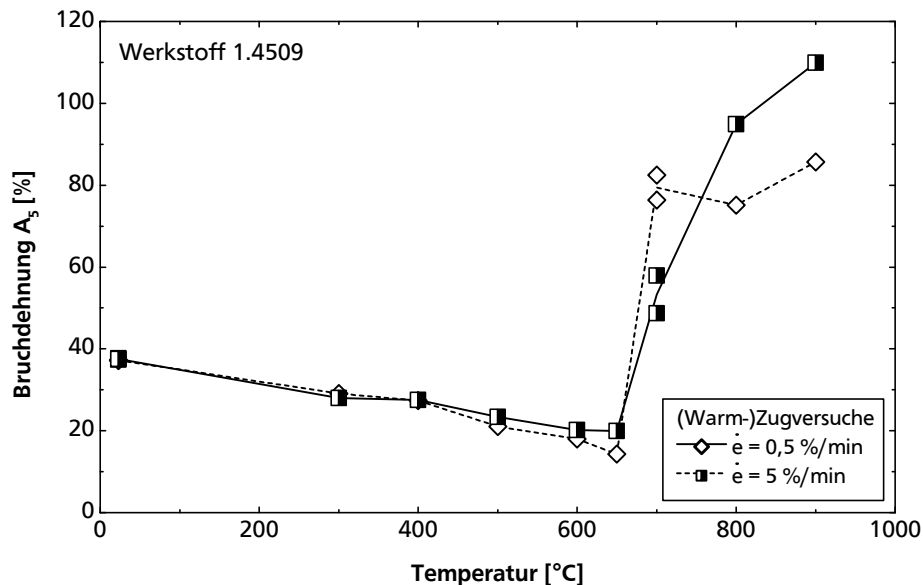


Bild 5.9: Einfluss der Temperatur und der Verformungsgeschwindigkeit auf die Duktilität des Werkstoffes 1.4509 unter quasistatischer Kurzzeitbeanspruchung am Beispiel der Bruchdehnung aus Warmzugversuchen

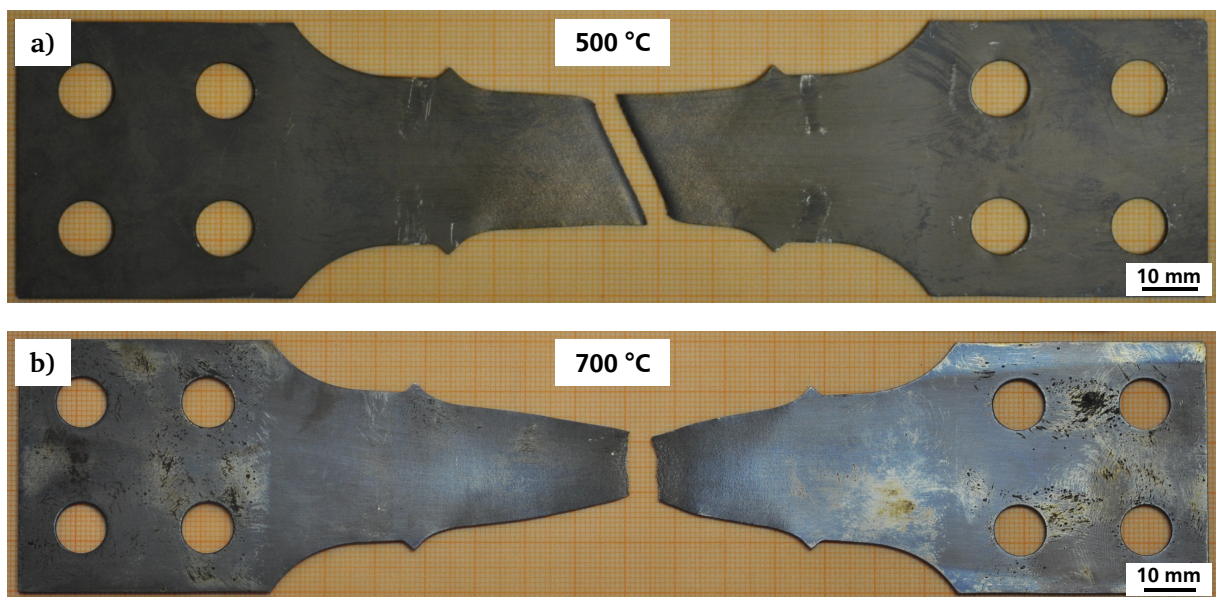


Bild 5.10: Bruchverhalten unter quasistatischer Zugbeanspruchung. Typischer Scherbruch bei Temperaturen von RT bis 650 °C, Beispiel für 500 °C (5 %/min) (a). Typischer duktiler Bruch im Temperaturbereich von 700 bis 900 °C, Beispiel für 700 °C (5 %/min) (b)

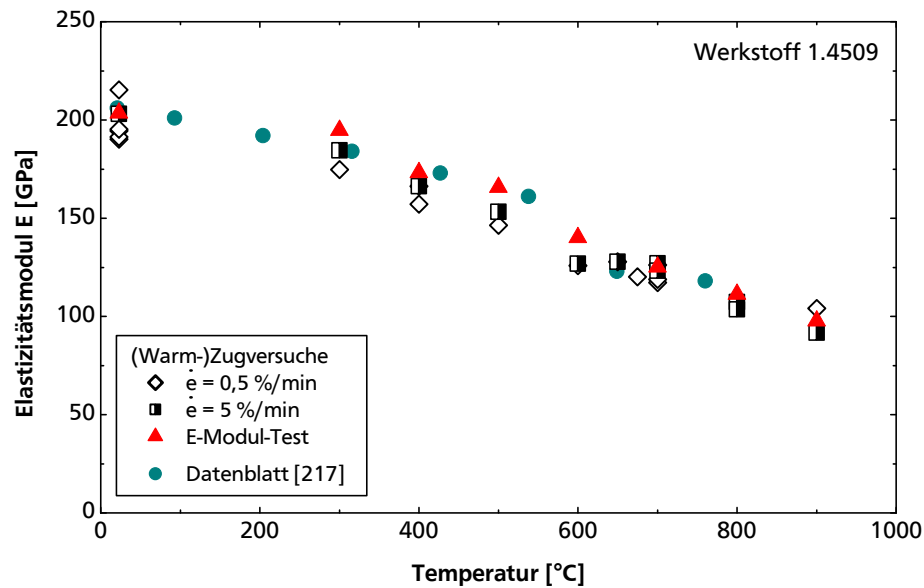


Bild 5.11: Elastizitätsmodul aus (Warm-)Zugversuchen in Abhängigkeit von der Temperatur

Die **Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls** im Vergleich zu Datenblatt-Angaben zeigt **Bild 5.11**. Der Elastizitätsmodul wurde dabei aus der Steigung des elastischen Teils der Spannung/Extensometer-Dehnungs-Kurve ermittelt. An einer Probe wurden zusätzliche Messungen zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls bei RT bis 900 °C durchgeführt. Dabei wurden bei jeder Prüftemperatur 10 Dreieckszyklen im elastischen Zugschwellbereich mit einer konstanten Dehnrates von 0,5 %/min gefahren. Die Steigung der linearen Spannungs-Dehnungs-Kurve wurde für jeden Zyklus sowohl beim Belasten als auch beim Entlasten bestimmt. Durch arithmetische Mittelwertbildung aller Steigungswerte ließ sich für jede Prüftemperatur ein mittlerer Elastizitätsmodul errechnen. Die Ergebnisse dieses „E-Modul-Tests“ sind ebenfalls in Bild 5.11 dargestellt (volle Dreiecke). Die Streuung der E-Modul-Werte ist vergleichsweise gering. Bei RT sind aber erhöhte Streuungen zu erkennen, die jedoch im Bereich der üblichen Streuung liegen. Die Literaturwerte liegen ebenfalls in diesem Bereich.

Der Elastizitätsmodul nimmt erwartungsgemäß mit zunehmender Temperatur ab. Der Rückgang des Elastizitätsmoduls mit steigender Temperatur ist auf der abnehmenden atomaren Bindungssteifigkeit infolge der thermischen Ausdehnung zurückzuführen [49, 180]. Eine stärkere Abnahme des Elastizitätsmoduls bei Annäherung an den Curie-Punkt lässt sich zwischen etwa 500 und 650 °C erkennen. Auf die mathematische Beschreibung dieser nicht-linearen Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls wird im Abschnitt 6.1.1 eingegangen.

5.3 Kriechverhalten

Das Kriechverhalten des ferritischen nichtrostenden Blechwerkstoffes 1.4509 wurde anhand von Kriechversuchen bei 650, 700, 800 und 900 °C untersucht (s. Anhang A, **Tabelle A.4**). Um den anwendungsrelevanten Kurzzeitkriechbereich mit maximalen Bruchzeiten von rund 300 h abzudecken waren relativ hohe Anfangsspannungen auszuwählen. In **Bild 5.12** sind die $(\varepsilon_0; \sigma_0)$ -Werte der durchgeführten Kriechversuche zusammen mit den Spannungs-Dehnungs-Kurven aus Warmzugversuchen bei den entsprechenden Prüftemperaturen gezeigt. Bis auf die höchstbelasteten Versuche bei 650 °C konnten die relativ kurzen Versuchslaufzeiten mit Anfangsspannungswerten σ_0 unterhalb der temperaturabhängigen 0,2 %-Dehngrenze (Bild 5.5a) erreicht werden. Entsprechend stellten sich unmittelbar nach der Belastung der Kriechproben

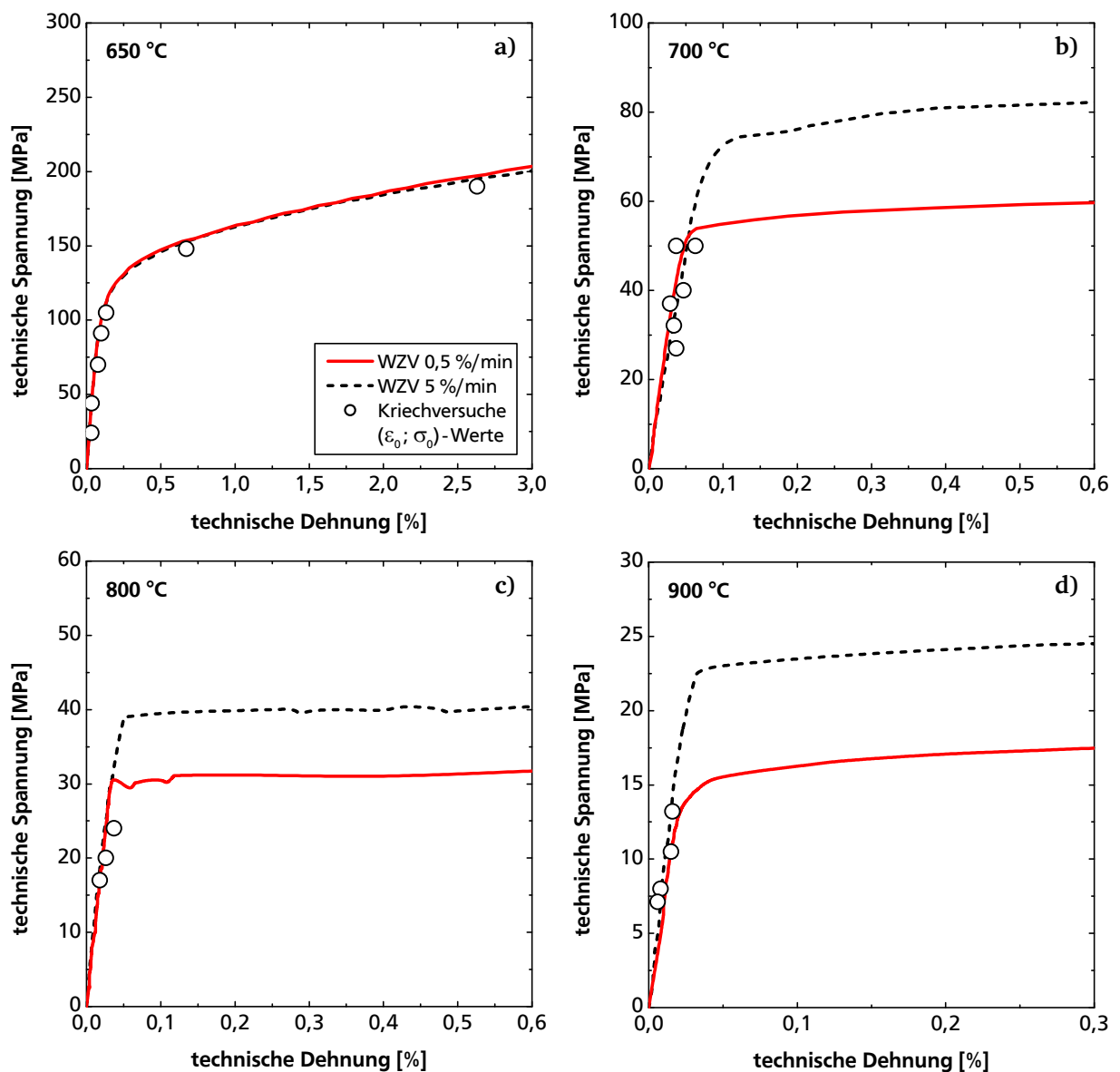


Bild 5.12: Anfangsspannungs-Dehnungs-Werte (Symbole) aus Kriechversuchen im Vergleich zu Spannungs-Dehnungs-Verläufen aus Warmzugversuchen. Volle Kurven: Warmzugversuche mit 0,5 %/min; gestrichelte Kurven: Warmzugversuche mit 5 %/min

signifikante inelastische Anfangsdehnungen nur bei den höchstbelasteten Versuchen bei 650 °C (Bild 5.12a) ein.

Das Kriechverformungsverhalten kann in erster Linie über den zeitlichen Verlauf der Kriechdehnung charakterisiert werden. Die entsprechenden Zeitdehnschaubilder sind in **Bild 5.13** dargestellt. Bei 650 und 700 °C äußert sich eine Besonderheit im Verlauf der Kriechkurven. Diese zeigen teilweise einen zweiten Verfestigungsbereich, welcher bei den Versuchen mit niedrigen Spannungen – und entsprechend langen Laufzeiten – besonders ausgeprägt ist.

Einen Einblick in dieses ungewöhnliche Verhalten ermöglicht die Betrachtung der zeitabhängigen Änderung der Kriechgeschwindigkeit, die für ausgewählte Versuche bei 650 und 700 °C in **Bild 5.14a,b** dargestellt ist. Es lässt sich zu Versuchsbeginn bei allen Kurven eine Abnahme der Kriechrate erkennen, was einer Verfestigung infolge des Versetzungsaufbaus im sogenannten primären oder transienten Kriechbereich entspricht. Der Rückgang in der Kriechgeschwindigkeit in diesem Bereich weicht jedoch von dem theoretischen linearen Verlauf (in der doppeltlogarithmischen Auftragung) ab [182], was beispielsweise aus dem mit „I“ gekennzeichneten Verlauf in Bild 5.14b hervorgeht. Infolge der fortschreitenden Schädigung nimmt die Kriechrate gegen Versuchsende deutlich zu, was einem tertiären Kriechbereich zuzuordnen ist. Ein sekundärer oder stationärer Kriechbereich, in dem ein mikrostrukturelles Gleichgewicht erreicht wird und die Kriechgeschwindigkeit einen konstanten Wert annimmt, ist nicht identifizierbar. Vielmehr ist teilweise kein einziges ausgeprägtes Minimum der Dehnrates zu erkennen. Beispielsweise ließ sich an den mit „II“ gekennzeichneten Kurven in Bild 5.14, neben einem ersten globalen Minimum, auch ein lokales Minimum bestimmen. Die Existenz eines zweiten Minimums korreliert in diesen Fällen mit dem zusätzlichen Verfestigungsbereich in den entsprechenden Zeitdehnkurven. Bei den höchstbelasteten Kriechversuchen bei 650 und 700 °C sind die oben beschriebenen Anomalien im Kriechverhalten nur schwach ausgeprägt bzw. treten nicht auf.

Bei 800 und 900 °C zeigen sich ebenfalls die für ausscheidungsverfestigte Legierungen und bei der vorliegenden Versuchsführung unter Lastkonstanz typische Kriechverläufe mit einem primären und einem tertiären Kriechbereich sowie nur einem ausgeprägten Kriechratenminimum (**Bild 5.14c,d**). Die Tatsache, dass die Kriechrate nur kurzzeitig ein Minimum zeigt, an welches sich eine verlängerte Phase steigender Kriechrate anschließt, weist darauf hin, dass sich das Gefüge auch in diesem oberen Temperaturbereich ständig verändert.

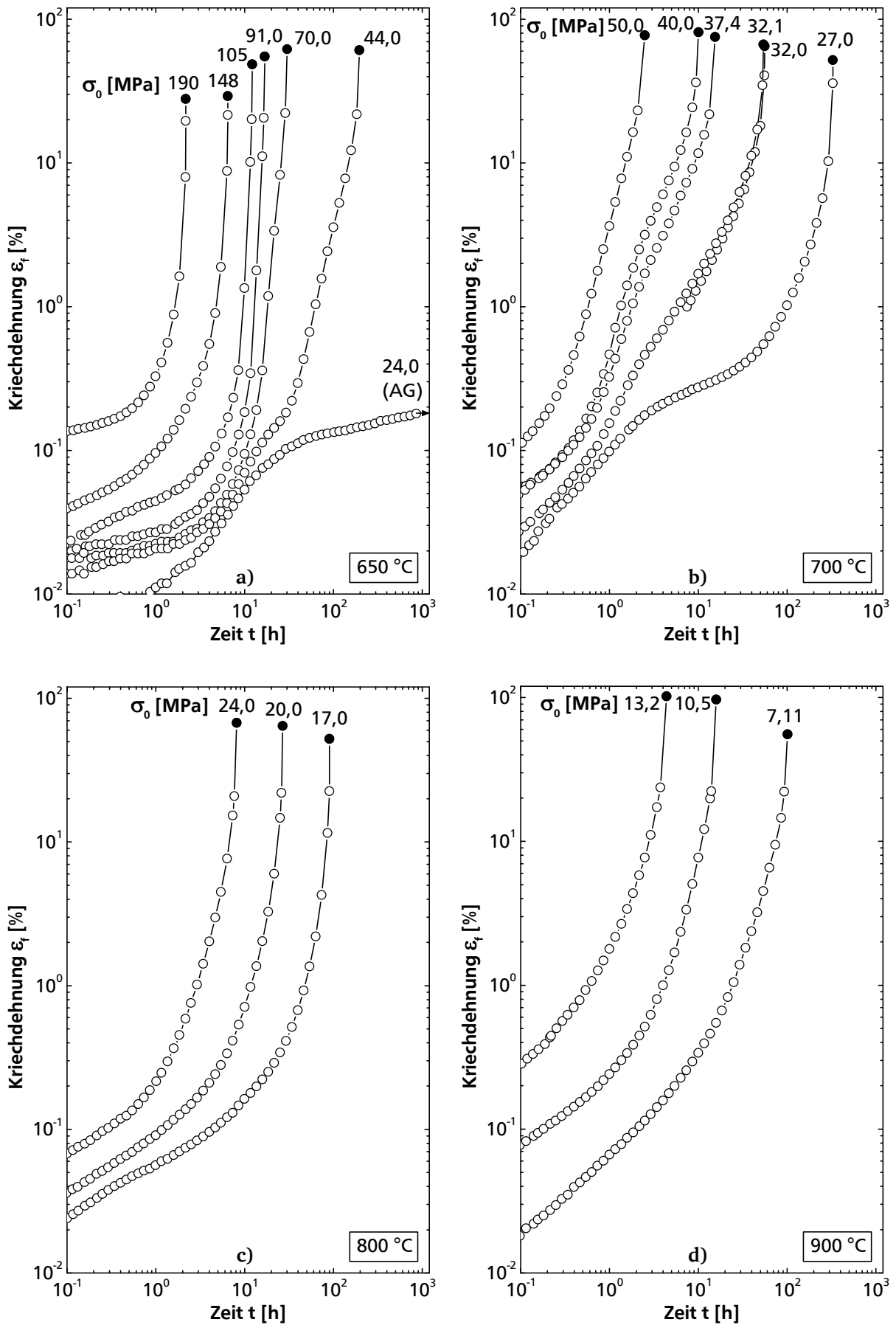


Bild 5.13: Doppeltlogarithmische Zeitdehnschaubilder der durchgeführten Kriechversuche bei 650 °C (a), 700 °C (b), 800 °C (c) und 900 °C (d)

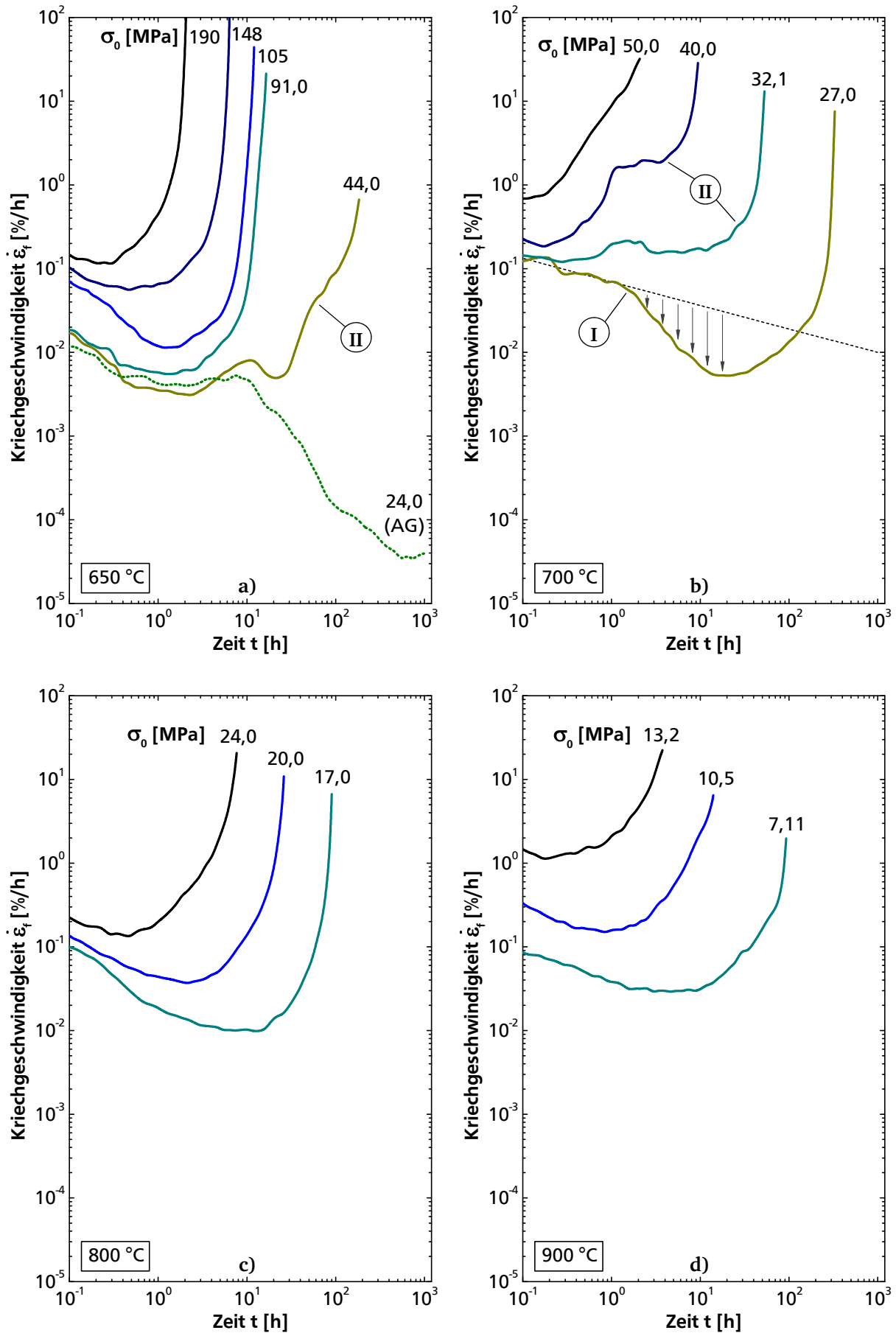


Bild 5.14: Verlauf der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit für ausgewählte Kriechversuche bei 650 °C (a), 700 °C (b), 800 °C (c) und 900 °C (d)

Das **zeitabhängige Verformungsvermögen** des Werkstoffes 1.4509 lässt sich ferner über den zeitabhängigen Verlauf der an Kriechproben gemessenen Duktilitätskennwerte charakterisieren. Dies ist am Beispiel der Zeitbruchdehnung A_u in Abhängigkeit der Bruchzeit t_u in **Bild 5.15** gezeigt. Als Bezugswerte sind bei einer Zeit von 0,1 h die Bruchdehnungen A_5 eingetragen, die an Proben aus Warmzugversuchen mit einer hohen Dehnrage von 6 %/min gemessen wurden. Die ermittelten Zeitbruchdehnungen liegen bei 650 °C im Bereich zwischen 20 und 70 %, bei 700 °C zwischen 50 und 90 %, bei 800 °C zwischen 50 und 70 % und bei 900 °C zwischen 50 und 110 %. Die Werte liegen damit im Bereich der Verformungswerte aus den statischen Kurzzeitversuchen. Bei 650 und 700 °C lässt sich ab Bruchzeiten von jeweils etwa 10 h und 1 h ein Anstieg der Zeitbruchverformungskennwerte feststellen, was auf eine zeitabhängige Gefügeveränderung hinweist. Diese zeitabhängige Duktilitätssteigerung, die sich bei 700 °C sehr rasch vollzieht, kann die Ursache für die Anomalie in der Temperaturabhängigkeit der Duktilitätskennwerte aus Warmzugversuchen sein, und erklärt, warum die Bruchdehnung nur bei dieser Temperatur höhere Werte bei niedriger Dehnrage – und entsprechend längerer Versuchslaufzeit – annimmt (siehe Bild 5.9). Zu längeren Bruchzeiten und entsprechend niedrigeren Spannungen hin nimmt bei allen untersuchten Temperaturen das Zeitbruchverformungsvermögen ab. Dies stellt ein eher normales Verhalten polykristalliner Werkstoffe dar und lässt sich auf den mit sinkender Spannung zunehmenden Korngrenzengleitanteil und die entsprechend höhere Rissinitiierungswahrscheinlichkeit zurückführen [25].

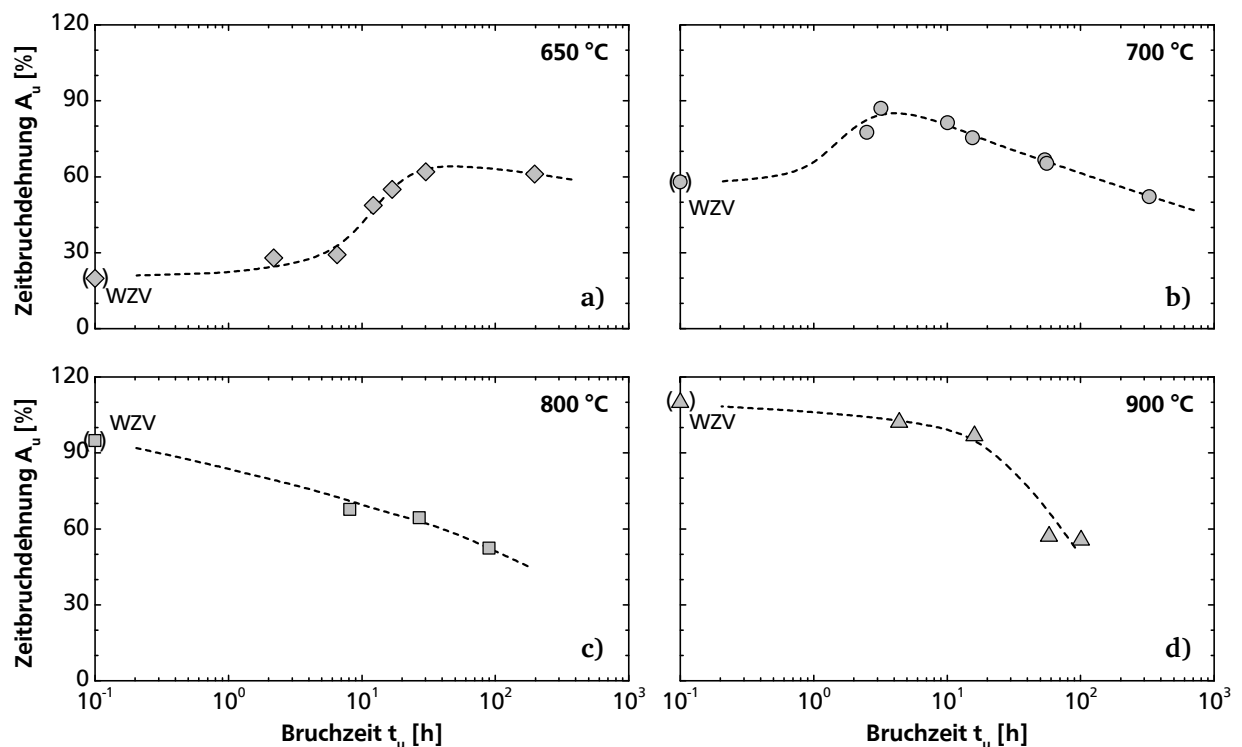


Bild 5.15: Zeitabhängige Duktilität unter Kriechbeanspruchung am Beispiel der Zeitbruchdehnung bei 650 °C (a), 700 °C (b), 800 °C (c) und 900 °C (d)

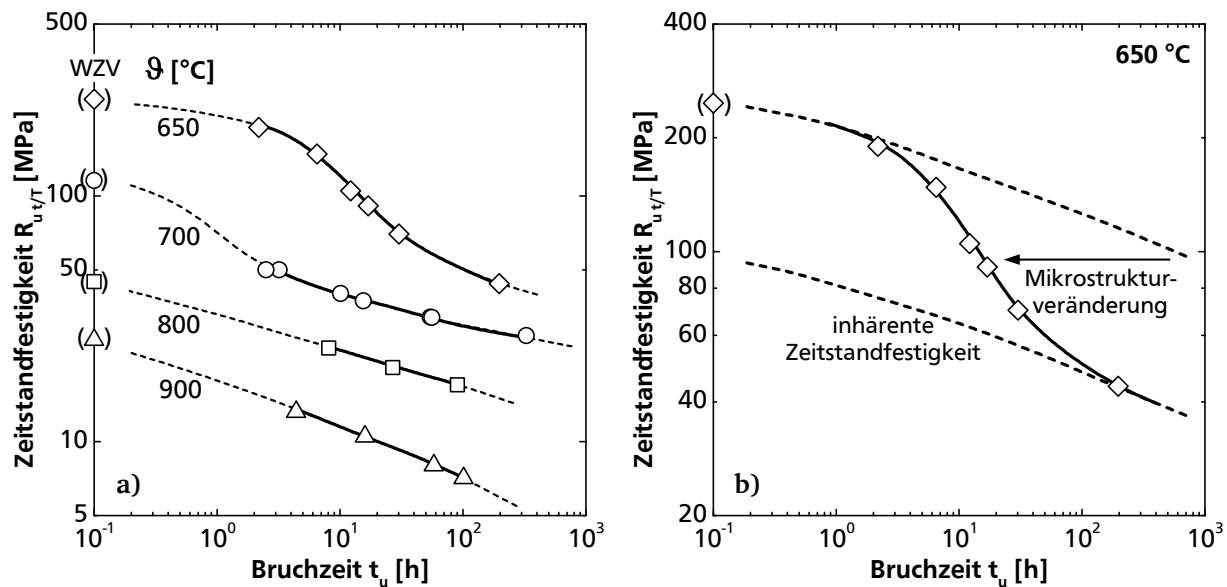


Bild 5.16: Zeitstandschaubild des Werkstoffs 1.4509 für Temperaturen von 650 bis 900 °C (a), schematische Darstellung zum sigmoidalen Zeitstandverhalten bei 650 °C (in Anlehnung an [183, 184]) (b)

Eine Kenngröße zur Charakterisierung der **Kriechfestigkeit** stellt die Zeitstandfestigkeit R_u dar. Diese ist definiert als der (technische) Spannungswert, bei dem der Werkstoff bei einer bestimmten Temperatur bricht. Die Bruchzeit t_u der durchgeführten Kriechversuche ist über die Anfangsspannung σ_0 doppeltlogarithmisch in **Bild 5.16a** aufgetragen. In Analogie zum Zeitbruchverformungsverhalten zeigt sich bei 650 °C und bei Bruchzeiten zwischen etwa 10 und 100 h ein ausgeprägter Abfall der Zeitstandfestigkeit. Zu längeren Bruchzeiten hin nimmt die Steigung der Zeitstandlinie – entgegen dem üblichen Trend – wieder zu. Bei 700 °C ist diese Anomalie in der Zeitstandlinie ebenfalls zu erkennen, ist jedoch weniger ausgeprägt, weil der größte Zeitstandfestigkeitsabfall sich vermutlich im Kurzzeitbereich bis etwa 1 h vollzieht. Der ungewöhnliche Verlauf der Zeitstandlinie deutet auf einer zeitabhängigen Gefügeveränderung hin, so dass kriechfestigkeitssteigernde Mechanismen, die bei niedrigen Temperaturen und kurzen Beanspruchungszeiten noch wirksam sind, bei dieser Temperatur für den Dauereinsatz ineffektiv sind. Der allmähliche Kriechfestigkeitsverlust wurde bereits an verschiedenen hochchromhaltigen ferritischen und ferritisch-martensitischen Werkstoffen festgestellt und wird – aufgrund der Form der Zeitstandlinien – oft als „sigmoidales Zeitstandverhalten“ bezeichnet [185, 186]. In Zusammenhang mit der Instabilität des Gefüges wird in [183] das Konzept einer inhärenten Kriechfestigkeit eingeführt. Diese entspricht der Kriechfestigkeit des Werkstoffes beim Erreichen eines temperaturabhängigen mikrostrukturellen Gleichgewichts. Eine schematische Darstellung zum oben beschriebenen Phänomen zeigt **Bild 5.16b**.

Zum besseren Verständnis der mikrostrukturellen Vorgänge, die den oben beschriebenen Kriechanomalien zugrunde liegen, wurden Längsschliffe von gebrochenen Kriechproben licht-

und rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Bei 650 und 700 °C zeigen sich feine, homogen verteilte Ausscheidungen im Korninneren und an den Korngrenzen. Dies ist am Beispiel einer bei 650 °C und 70 MPa sowie einer bei 700 °C und 32 MPa geprüften Probe in **Bild 5.17** und **Bild 5.18** gezeigt. Die ausgeschiedenen Teilchen erscheinen in Sekundärelektronenaufnahmen (**Bild 5.19a**) heller als die umgebende Matrix, was darauf hindeutet, dass Elemente mit höherer Ordnungszahl als Eisen oder Chrom vorliegen. Damit übereinstimmend konnte mittels energiedispersiver Röntgenanalytik das Element Niob in den Ausscheidungen identifiziert werden. Ferner ließ sich mit Hilfe von EBSD-Spotmessungen zeigen, dass die Ausscheidungen eine hexagonale Gitterstruktur besitzen (**Bild 5.19b**). Diese Ergebnisse, die mit Literaturangaben (Abschnitt 2.1.3.1) in guter Übereinstimmung stehen, lassen den Schluss zu, dass es sich hierbei um die hexagonale, Niob-reiche Laves-Phase handelt.

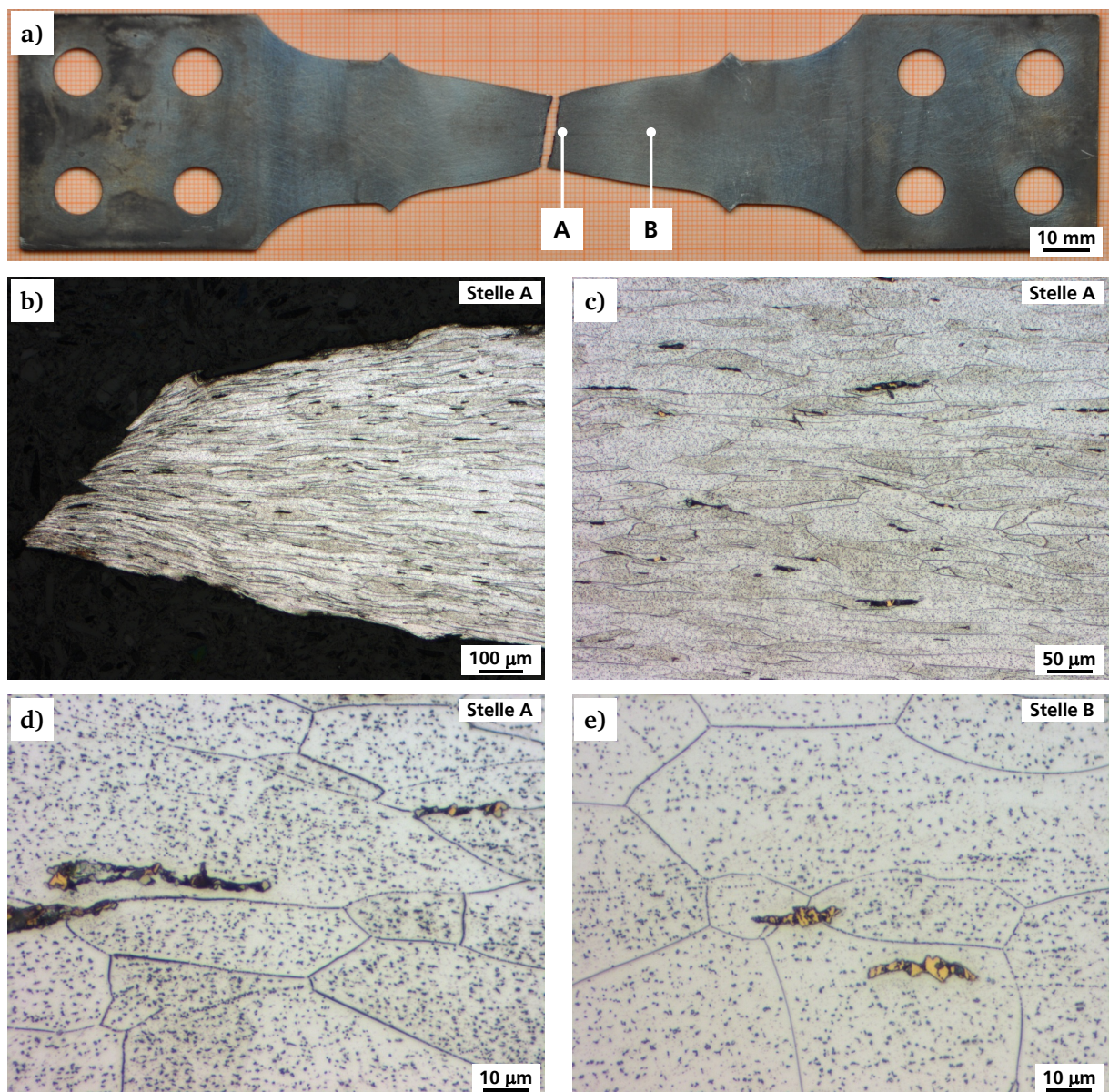


Bild 5.17: Kriechprobe fER65z4, 650°C, $\sigma_0 = 70$ MPa, $t_u = 30,1$ h. Makroskopische Aufnahme (a). Längsschliffe an verschiedenen Positionen im Bereich der Prüfzone (b bis e)

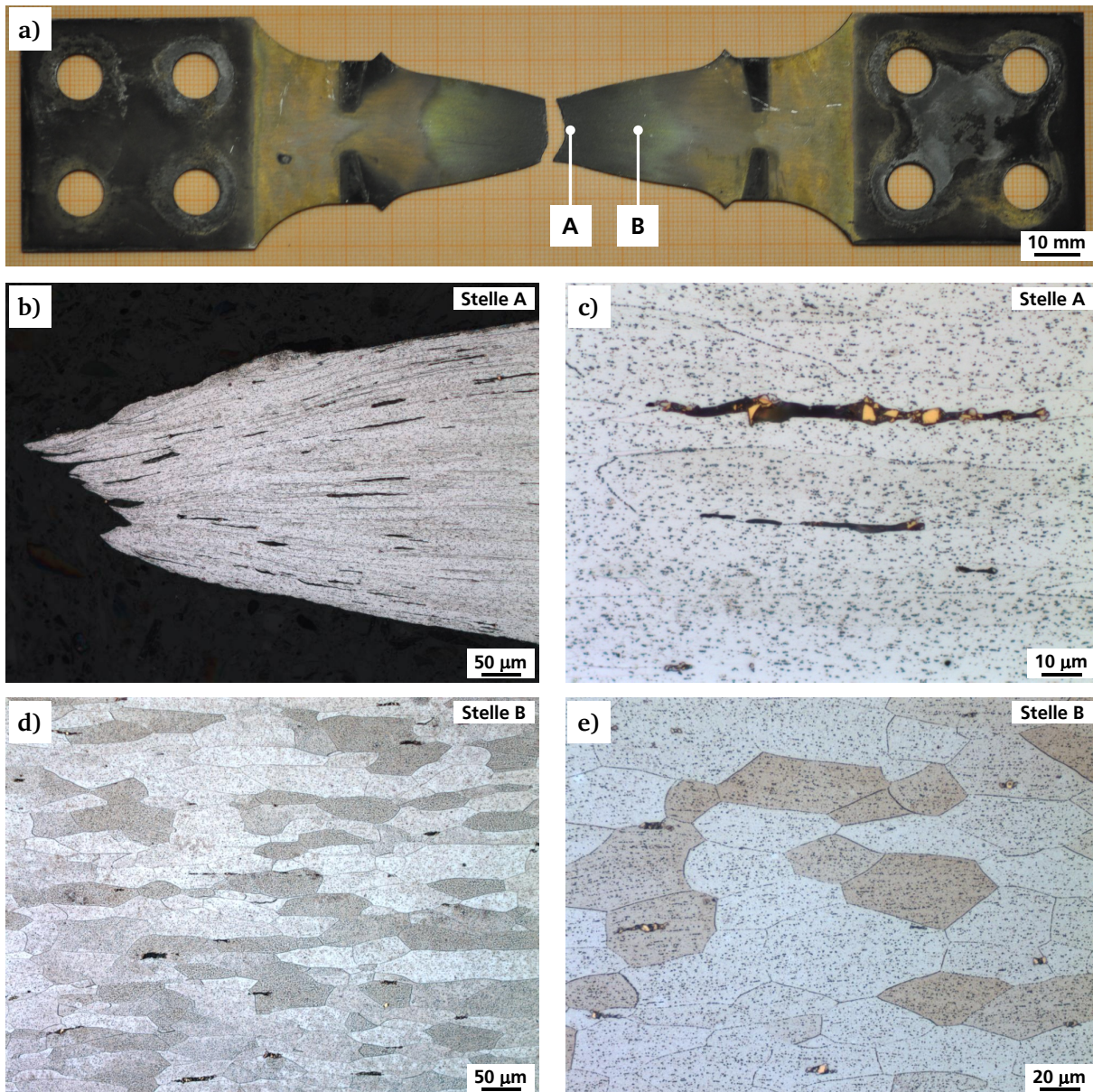


Bild 5.18: Kriechprobe fER7z2, 700°C, $\sigma_0 = 32$ MPa, $t_u = 56$ h. Makroskopische Aufnahme (a). Längsschliffe an verschiedenen Positionen im Bereich der Prüfzone (b bis e)

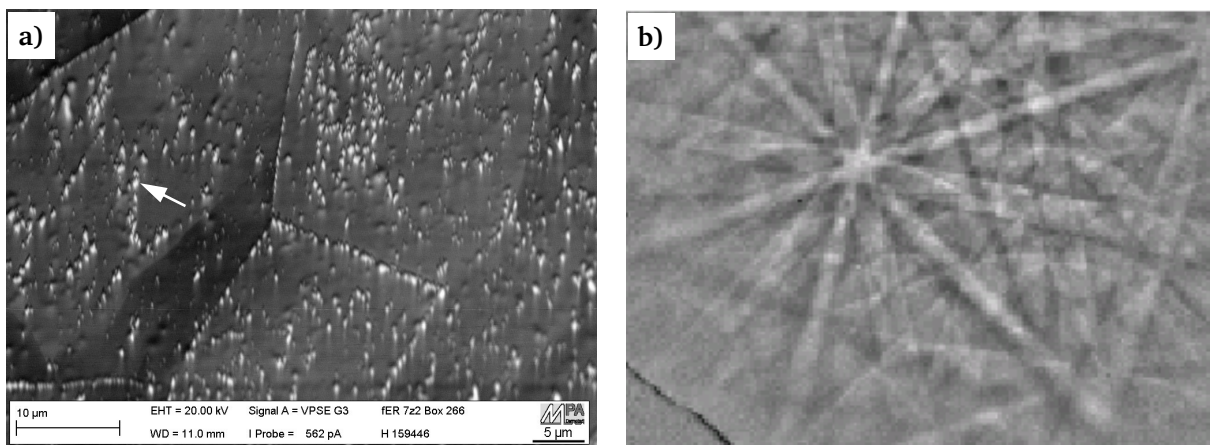


Bild 5.19: Kriechprobe fER7z2, 700°C, $\sigma_0 = 32$ MPa, $t_u = 56$ h. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme im Bereich der Prüfzone (SE-Kontrast) (a). Linienmuster der an einer größeren Ausscheidung (siehe Pfeil in Bild a) durchgeführten EBSD-Spotmessung (b)

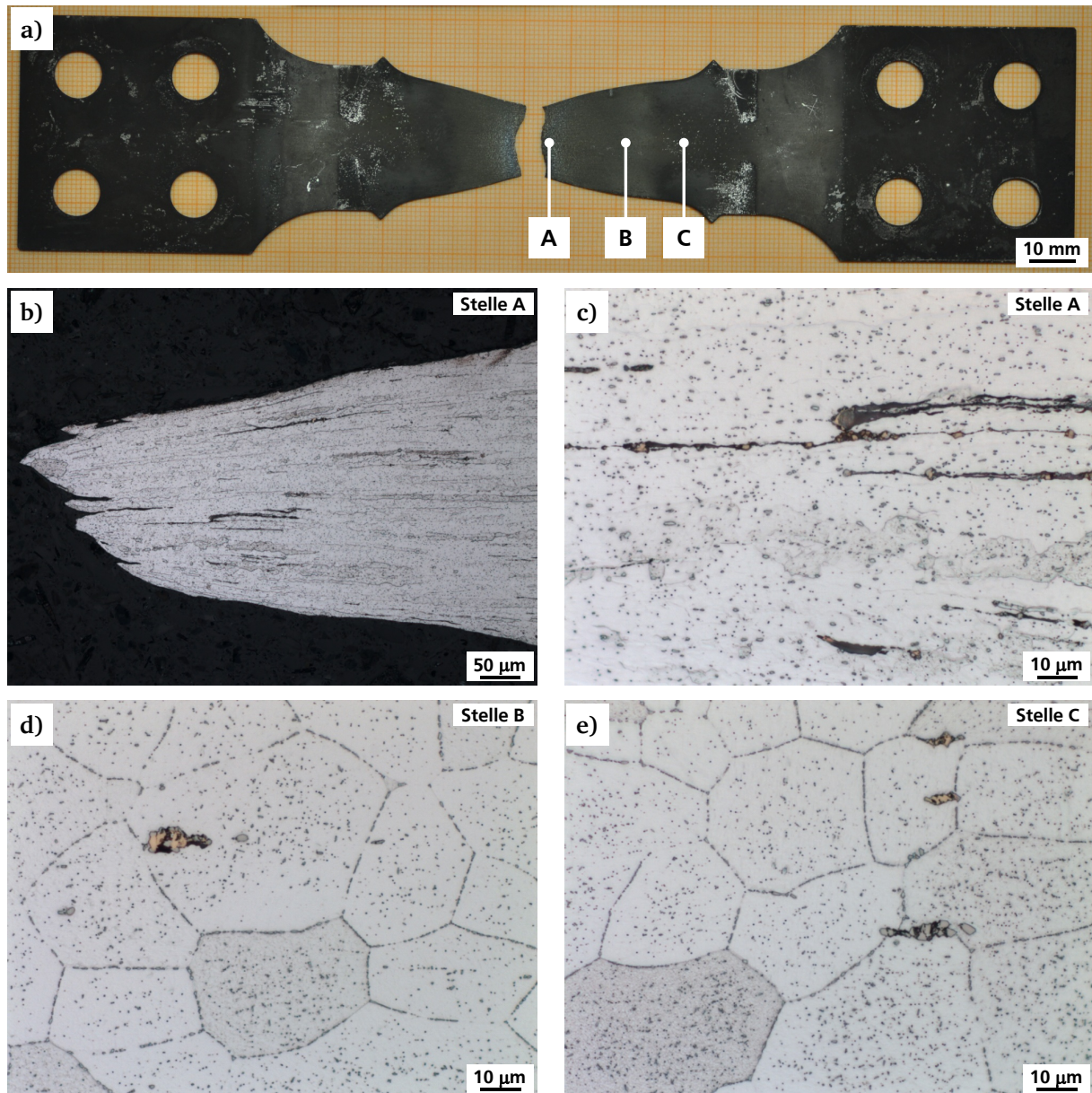


Bild 5.20: Kriechprobe fER8z3, 800°C, $\sigma_0 = 17$ MPa, $t_u = 90,1$ h. Makroskopische Aufnahme (a). Längsschliffe an verschiedenen Positionen im Bereich der Prüfzone (b bis e)

Die Ausscheidungen wurden auch bei 800 °C (Bild 5.20) und 900 °C (Bild 5.21) lichtmikroskopisch detektiert, wobei sich folgende Tendenzen feststellen lassen: (i) mit steigender Temperatur nimmt der Volumenanteil der ausgeschiedenen Phase ab, (ii) mit steigender Temperatur nimmt der an Korngrenzen ausgeschiedene Anteil an Ausscheidungen zu, und (iii) mit steigender Temperatur findet eine Teilchenvergrößerung schneller statt. Dabei verschwinden kleine Ausscheidungen im Korninneren zu Gunsten größerer Ausscheidungen an Korngrenzen. Bei 900°C ließ sich auch eine Kornvergrößerung im verformten Prüfbereich erkennen. Die Tatsache, dass die Proben aus Oxidationsversuchen bei dieser Temperatur und mit Laufzeiten von bis zu 1200 h kein signifikantes Kornwachstum zeigen, lässt den Schluss zu, dass sich hierbei um dynamische Rekristallisation handelt. Im Bereich nahe der Bruchzone findet dieser

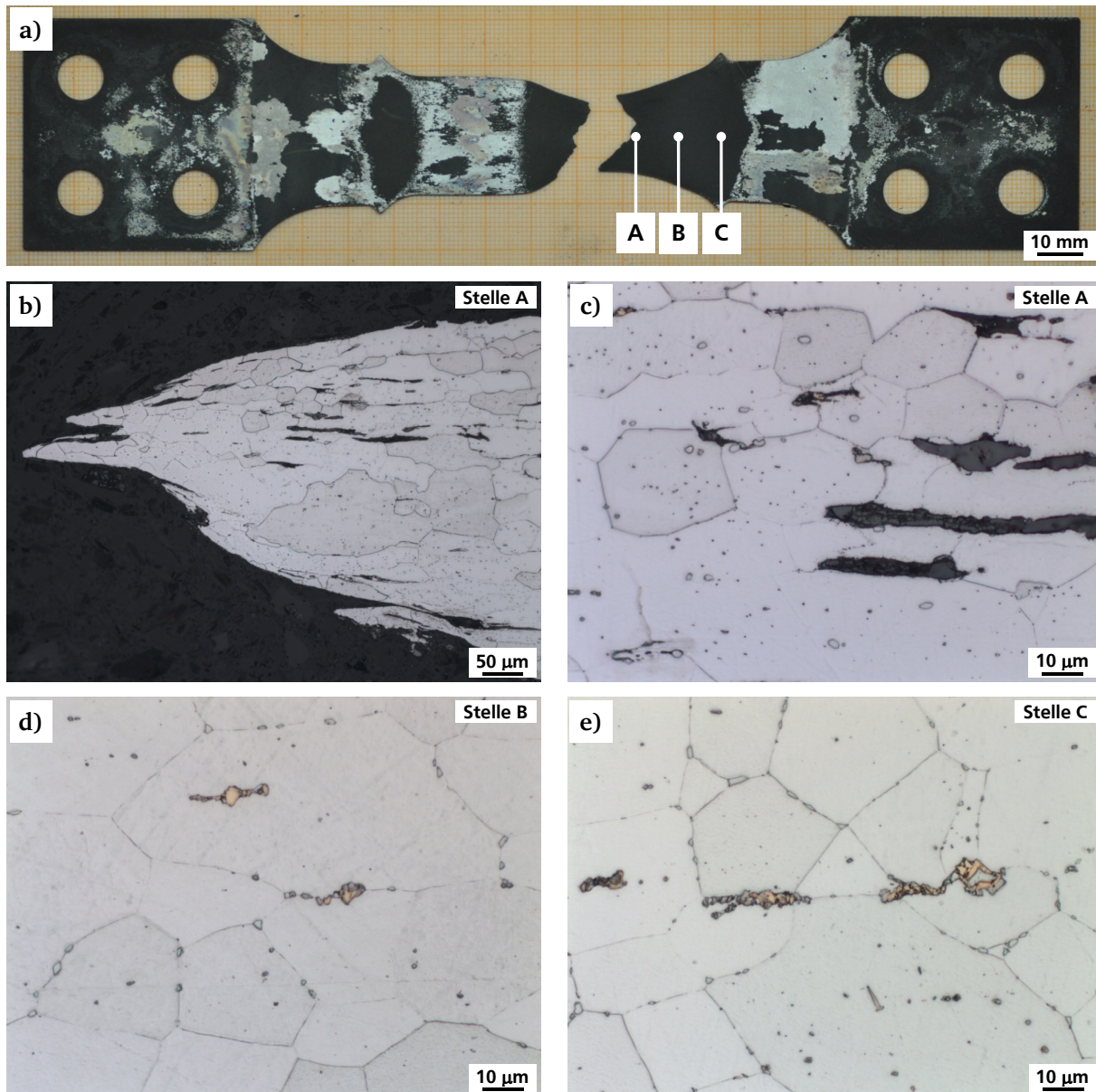


Bild 5.21: Kriechprobe fER9z5, 900°C, $\sigma_0 = 7,11$ MPa, $t_u = 101$ h. Makroskopische Aufnahme (a). Längsschliffe an verschiedenen Positionen im Bereich der Prüfzone (b bis e)

Vorgang so schnell statt, dass eine verformungsinduzierte Texturierung der Körner bei 900°C praktisch nicht erkennbar ist. Bei dieser Temperatur sind im Bereich der eingeschnürten Bruchzone auch Trennungen mit oxidierten Flanken zu sehen.

Zur Charakterisierung des Verformungsverhaltens und der Festigkeit unter Kriechbeanspruchung wird weiterhin die Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit untersucht. Diese wurde auf Basis der nach der Zeit abgeleiteten Verläufe der Kriechdehnung ermittelt (siehe Bild 5.14). Im Fall von Anomalien vom Typ II (Bild 5.14a,b), bei denen sich zwei Kriechratenminima bestimmen ließen, wurde ausschließlich das globale Minimum ausgewertet.

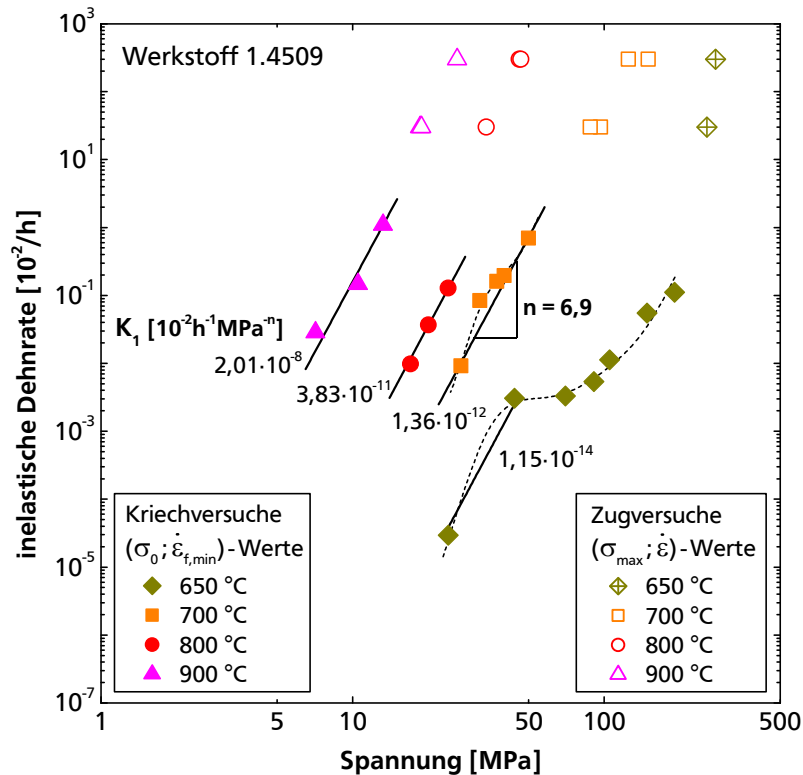


Bild 5.22: Zur Beschreibung der Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit mit Hilfe des Norton-Kriechgesetzes

Die komplexe **Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit** veranschaulicht die Norton-Darstellung in **Bild 5.22**. Darin ist die minimale Kriechrate $\dot{\epsilon}_{f,\min}$ über der Anfangsspannung σ_0 doppeltlogarithmisch aufgetragen (volle Symbole). Als Bezugswerte sind zusätzlich die im Zugversuch gefahrenen Dehnraten über den wahren Maximalspannungen aufgetragen (halbe Symbole). Bei einer stabilen Mikrostruktur – wie es beispielsweise bei Reinmetallen vorliegt – entspricht die Zugfestigkeit eines dehnungsgeregelten Zugversuchs einer stationären inneren Spannung, bei der sich die Versetzungsdichte in einem dynamischen Gleichgewicht befindet [187, 188, 189]. Demzufolge sollten bei einer stabilen Mikrostruktur die $(\sigma_{\max}; \dot{\epsilon})$ -Werte aus Zugversuchen und die $(\sigma_0; \dot{\epsilon}_{f,\min})$ -Werte aus Kriechversuchen auf einer gemeinsamen Kurve im Norton-Schaubild liegen.

Die Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit wird für technische Belange häufig mit Hilfe des Norton-Kriechgesetzes

$$\dot{\epsilon}_{f,\min} = K_1 \cdot \sigma^n \quad (5.7)$$

beschrieben, wobei K_1 eine temperaturabhängige Werkstoffkonstante und n den Spannungsexponenten darstellen. Eine angemessene Beschreibung des Kriechverhaltens mit dem einfachen Potenz-Gesetz nach Gl. (5.7) setzt voraus, dass die minimale Kriechgeschwindigkeit temperaturunabhängig einen stationären Verformungszustand widerspiegelt und dass das Gefüge infolge der Kriechbeanspruchung konstant bleibt. Wie zuvor beschrieben erfüllt der

Werkstoff 1.4509 diese Voraussetzungen im untersuchten Bereich der Temperatur und Spannung nur bedingt. Insbesondere zeigt sich bei 650 °C – und in geringerem Maße auch bei 700 °C – die Besonderheit, dass unterhalb einer Grenzspannung es zu einem scheinbaren Stillstand des Kriechprozesses kommt, was aus der zu niedrigen Lasten hin abnehmenden Steigung des $(\lg \sigma ; \lg \dot{\epsilon})$ -Verlaufs hervorgeht. Da sich die Isothermen im Norton-Schaubild im Bereich des Potenzgesetzkriechens nicht schneiden [25, 187], nimmt die Steigung des $(\lg \sigma ; \lg \dot{\epsilon})$ -Verlaufs bei niedrigeren Spannungen wieder zu, was mit Hilfe der niedrig belasteten Versuche bei 650 °C und 24 MPa sowie bei 700 °C und 27 MPa belegt werden konnte. Der ungewöhnliche Verlauf im $(\lg \sigma ; \lg \dot{\epsilon})$ -Diagramm bei 650 und 700 °C spiegelt sich im doppelt-logarithmischen Zeitstandschaubild in dem zuvor beschriebenen sigmoidalen Verlauf der Zeitstandlinien wider.

Im Sinne einer ingenieurmäßig-pragmatischen Herangehensweise ließe sich dennoch das Norton-Kriechgesetz bei Spannungen kleiner etwa 50 MPa anwenden und die Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit mit einem mittleren Spannungsexponenten $n = 6,9$ angemessen beschreiben (siehe durchgezogene Linien in Bild 5.22). Bei 650 °C und höheren Spannungen gilt das Potenzgesetz nicht (*power-law-breakdown*). Die Spannungsabhängigkeit ließe sich in diesem Bereich anhand einer Exponentialfunktion besser beschreiben.

Neben dem Spannungsexponenten n stellt die Kriechaktivierungsenergie Q_c eine charakteristische Größe des Kriechverhaltens dar. Zur Bestimmung der Kriechaktivierungsenergie wird die **Temperaturabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit** betrachtet. Eine konstante Aktivierungsenergie für Kriechen lässt sich in einem Bereich der Spannung und Temperatur angeben, wenn sich in diesem Bereich der kriechgeschwindigkeitsbestimmende Verformungsmechanismus nicht ändert. Dies trifft für den Werkstoff 1.4509 nur in einem eingeschränkten Parameterbereich zu. Einerseits zeigen die Auswertungen zur Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechrate bei 650 °C einen Übergang vom kletterkontrollierten Kriechen (Versetzungskriechen) zum Versetzungsgleiten (Plastizität), gekennzeichnet durch den *power-law-breakdown*. Andererseits weisen die metallographischen Untersuchungen darauf hin, dass bei 900 °C – bedingt durch die hohe Temperatur und Verformung – dynamische Rekristallisationsvorgänge erfolgen. Diese führen zu einer Erhöhung der Kriechrate, die mit Hilfe der Gleichungen des Potenzgesetzkriechens nicht richtig vorhergesagt werden [79]. Auf Basis dieser Überlegungen wurde im Rahmen dieser Arbeit die Aktivierungsenergie für Kriechen unter Einbeziehung der Versuchsergebnisse nur bei 700 und 800 °C ermittelt.

Die Temperaturabhängigkeit der minimalen Kriechrate folgt einer Arrhenius-Exponentialfunktion

$$\dot{\epsilon}_{f,\min} = K_2 \cdot \exp\left(-\frac{Q_c}{R \cdot T}\right), \quad (5.8)$$

wobei K_2 eine spannungs-, werkstoff- und werkstoffzustandsabhängige Konstante, Q_c die Aktivierungsenergie, R die allgemeine Gaskonstante und T die absolute Temperatur darstellen [25]. **Bild 5.23** gibt die Arrhenius-Auftragung ($\lg \dot{\epsilon}_{f,\min}$; $1/T$) wieder, die die minimale Kriechrate in Abhängigkeit der reziproken Temperatur bei einer Spannung von 24 MPa darstellt. Die Aktivierungsenergie Q_c kann aus der Steigung der Geraden ermittelt werden:

$$Q_c = -2,304 \cdot R \cdot \frac{d(\lg \dot{\epsilon}_{f,\min})}{d(1/T)}. \quad (5.9)$$

Somit lässt sich zwischen 700 °C und 800 °C eine Aktivierungsenergie von 290 kJ/mol abschätzen. Die Berechnung unter Einbeziehung der experimentellen Kriechrate bei 650 °C sowie der extrapolierten Kriechrate bei 900 °C ergibt eine größere Steigung im ($\lg \dot{\epsilon}_{f,\min}$; $1/T$)-Diagramm (gestrichelte Linie in **Bild 5.23**) und eine für den Werkstoff 1.4509 zu hohe Aktivierungsenergie von etwa 492 kJ/mol. Hierbei handelt es sich um eine scheinbare Aktivierungsenergie, die durch die oben beschriebene Gefügeinstabilität in Form von Ausscheidungsprozessen sowie dynamischer Rekristallisation bei 900 °C beeinflusst wird und keinesfalls einen anderen Elementarvorgang des Kriechens andeutet.

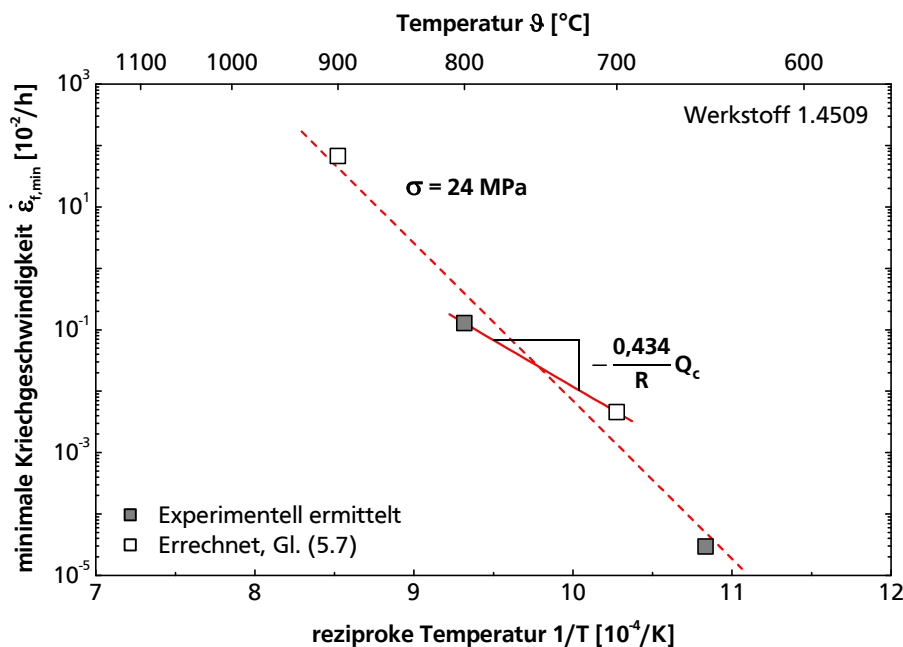


Bild 5.23: Temperaturabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit des Werkstoffs 1.4509 (Arrhenius-Darstellung)

Eine unter Kriechbeanspruchung sich ständig entwickelnde Mikrostruktur des Werkstoffs 1.4509 führt dazu, dass kein dynamisches mikrostrukturelles Gleichgewicht während des Kriechens erreicht wird. Die in diesem Abschnitt gezeigten Kriechanomalien bei 650 und 700 °C sind auf die Gefügestabilität in diesem Temperaturbereich zurückzuführen. Basierend auf metallographischen Untersuchungen sowie Ergebnissen aus der Literatur (Abschnitt 2.1.3) lässt sich dieses Verhalten auf der *in situ* Ausscheidung und Vergrößerung der Niobreichen Laves-Phase und dem gleichzeitigen Rückgang der Mischkristallhärtung aufgrund der Matrixverarmung an Niob zurückführen. Die relevanten Mechanismen – nämlich die Keimbildung, das Wachstum und die Umlösung der Laves-Phasen-Teilchen sowie der Rückgang der Nb-Übersättigung – stellen Vorgänge dar, die nicht sequentiell sondern teilweise gleichzeitig auftreten. Bei der Ausscheidung der Laves-Phase handelt es sich um einen verformungsinduzierten Prozess (Abschnitt 2.1.3.1). Damit geht eine Abhängigkeit von der Versetzungsdichte einher, welche sich wiederum infolge elementarer Kriechprozesse wie Versetzungserzeugung und -auslöschung unter Kriechbeanspruchung ändert. Ferner findet Schädigung infolge Kriechporen- und Rissbildung überlagert statt. Aufgrund der komplexen Wechselwirkung ist die Zuordnung eines gemessenen Kriechverlaufs zu einem oder mehreren der genannten Vorgänge schwierig. An den experimentell ermittelten Kriechverläufen ließen sich dennoch Kriechstadien identifizieren, die von einem bestimmten Vorgang dominiert sind. Dies ist mit Hilfe der doppeltlogarithmischen Auftragung der Kriechrate über der Zeit in **Bild 5.24** schematisch gezeigt. Dargestellt sind die zwei repräsentativen Fälle, die den identifizierten Anomalien vom Typ I und Typ II (Bild 5.14) entsprechen. Die gestrichelten Linien stellen idealisierte Verläufe der Kriechrate dar, die sich in den folgenden drei gedachten Szenarien ergeben würden: (i) die Mikrostruktur bleibt über der gesamten Versuchsdauer stabil, d.h. die Ausscheidung der Laves-Phase ist vollständig unterdrückt, (ii) bei einer vollständigen Ausscheidung der Laves-Phase tritt keine Teilchenvergrößerung und auch keine Schädigung durch Poren- und Rissbildung auf, und (iii) zu Versuchsbeginn liegt eine vollkommene Verarmung an Mischkristall- und Ausscheidungshärtung vor. Die durchgezogenen Linien entsprechen den experimentell ermittelten Kurvenverläufen. In den zwei dargestellten repräsentativen Fällen findet zu Beginn eine Verfestigung statt, die von dem Versetzungsaufbau dominiert ist. In diesem Stadium bauen sich aufgrund der äußeren Last mehr Versetzungen auf, als sich durch den thermisch aktivierten Erholungsprozess auslöschung können. In einem zweiten Stadium nimmt die Kriechrate infolge der Ausscheidungsverfestigung durch eine feinverteilte Laves-Phase stärker ab, so dass der Verlauf von dem des fiktiven Werkstoffs mit stabilem Gefüge abweicht. Eine zur Bildung der Laves-Phasen-Teilchen gleichzeitig auftretende Vergrößerung bewirkt anschließend eine degressive Abnahme der Kriechrate bis das globale Minimum erreicht wird. In der Folge überwiegt die vergrößerungsinduzierte Entfestigung, wodurch die

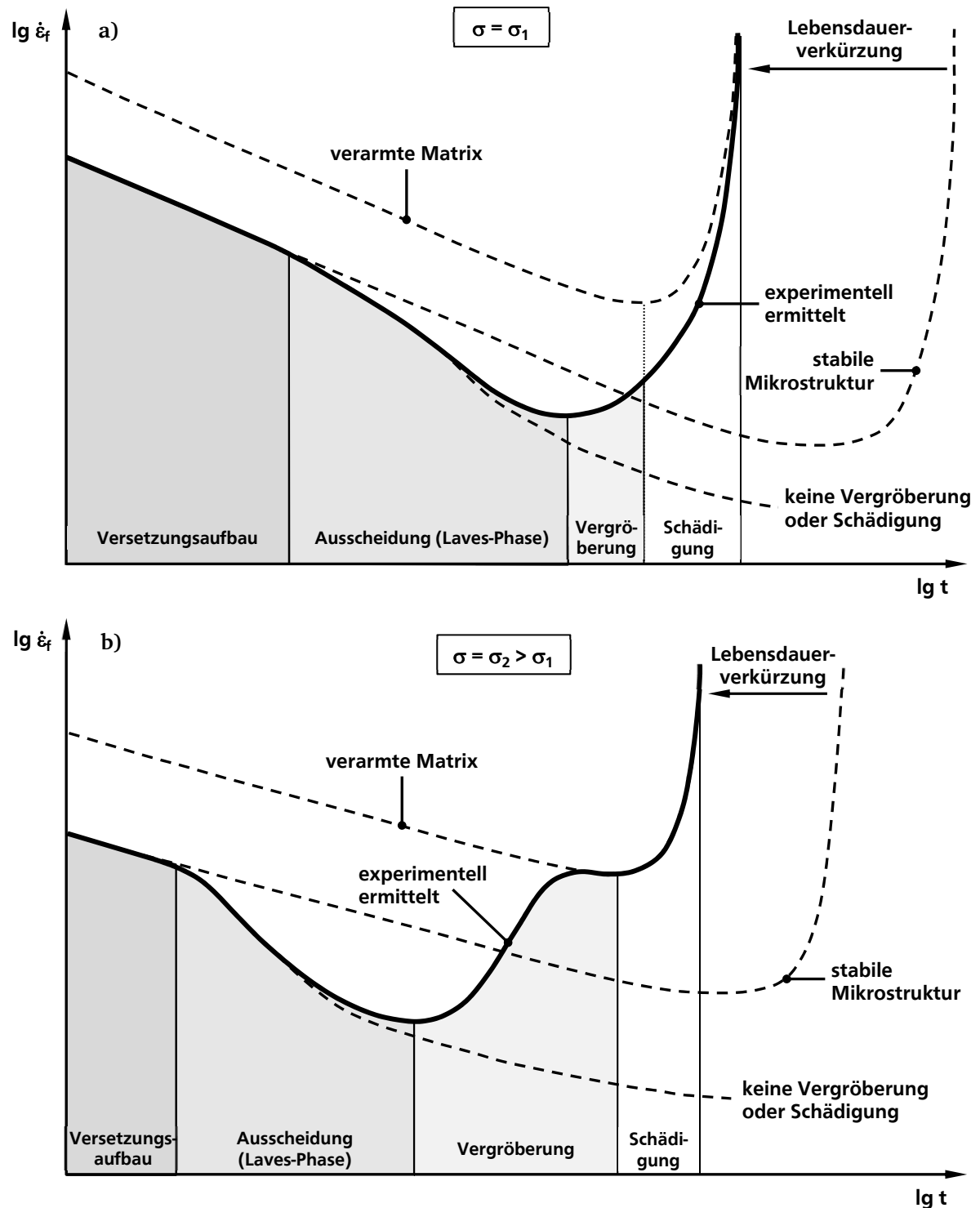


Bild 5.24: Zum Einfluss der wesentlichen mikrostrukturellen Vorgänge auf das Kriechverhalten des Werkstoffs 1.4509 für Temperaturen im Bereich von 650 bis 700 °C in der doppelt-logarithmischen Darstellung der Kriechrate gegen die Zeit. Repräsentativer Fall bei niedriger Spannung (a) und hoher Spannung (b)

Kriechrate ansteigt und sich dem Verlauf des vollständig verarmten Werkstoffs annähert. Erst in diesem Stadium werden Unterschiede im qualitativen Verlauf der Kriechrate sichtbar. Diese Unterschiede hängen vom Schädigungszustand der Matrix ab. Bei Anomalien vom Typ I (Bild 5.24a) ist die Schädigung infolge der Bildung von Kriechporen bzw. -risse in einem fortge-

schrrittenen Zustand. Der verarmte Matrix-Werkstoff befindet sich bereits im tertiären Kriechbereich, so dass sich die Beiträge der beiden Mechanismen zur Entfestigungsrate überlagern. Die Kriechrate steigt progressiv an, bis es letztlich zum Probenbruch kommt. Ein Übergang vom Vergrößerungs- zum Schädigungsstadium ist in diesem Fall praktisch nicht erkennbar. Bei Anomalien vom Typ II (Bild 5.24b) ist die Poren- und Rissbildung während der Teilchenvergrößerung dagegen noch schwach ausgeprägt. Die Kriechrate nimmt degressiv zu. Die Entfestigung durch Teilchenvergrößerung kann dann von einer in der Matrix noch stattfindenden Verfestigung so „kompensiert“ werden, dass ein zweites (lokales) Minimum der Kriechgeschwindigkeit entsteht.

Die Tatsache, dass die Ausscheidung der Laves-Phase zunächst die Kriechrate im transienten Kriechbereich deutlich herabsetzt kann irrtümlich einem positiven Einfluss auf die Zeitstandlebensdauer zugeschrieben werden. In Wirklichkeit kommt es jedoch aufgrund der schnellen, temperatur- und verformungsinduzierten Vergrößerung zu einer frühzeitigen Entfestigung und insgesamt zu einer Verkürzung der Lebensdauer unter Kriechbeanspruchung, wie den schematischen Verläufen in Bild 5.24 zu entnehmen ist.

5.4 Verhalten unter niederzyklischer Ermüdungsbeanspruchung

Das Verhalten des ferritischen rostfreien Blechwerkstoffes 1.4509 unter niederzyklischer Beanspruchung wurde mit Hilfe von dehnungsgeregelten LCF- und TMF-Versuchen an Flach- und Rohrproben untersucht. In diesem Kapitel werden zunächst Ergebnisse aus isothermen niederzyklischen Versuchen an Flachproben (Abschnitt 5.4.1) und Rohrproben (Abschnitt 5.4.2) präsentiert. In der folgenden Einleitung erfolgen zunächst eine Begriffsdefinition und eine Beschreibung der Vorgehensweise bei der Versuchsauswertung sowie der Ermittlung von Kennwerten zum niederzyklischen Ermüdungsverhalten.

Zur **Charakterisierung des Verformungsverhaltens** wird zunächst die Spannungs-Dehnungs-Kurve im „stabilisierten“ Zustand betrachtet. Als stabilisierter Zustand wurde bei allen untersuchten Temperaturen der Zustand bei halber Anrisswechselzahl ($N/N_i = 0,5$) definiert. Zur phänomenologischen Beschreibung der zyklisch stabilisierten Fließkurve wurde der dreiparametrische Potenzansatz nach Ramberg und Osgood [190] herangezogen:

$$\varepsilon_a = \varepsilon_a^e + \varepsilon_a^{\text{in}},$$

$$\text{mit } \varepsilon_a^e = \frac{\sigma_a}{E}$$
(5.10)

$$\text{und } \varepsilon_a^{\text{in}} = \left(\frac{\sigma_a}{K'} \right)^{1/n'} \quad \text{bzw.} \quad \varepsilon_a^{\text{in}} = \varepsilon_{\text{off}}^{\text{in}} \cdot \left(\frac{\sigma_a}{\sigma_{\text{cy}}} \right)^{1/n'}.$$

Dabei wird die Gesamtdehnungsamplitude ε_a in einen elastischen ε_a^e und einen plastischen bzw. inelastischen Anteil $\varepsilon_a^{\text{in}}$ unterteilt. Der elastische Anteil ergibt sich aus der Spannungsamplitude σ_a und dem Elastizitätsmodul E . Der inelastische Anteil berechnet sich auf Basis des zyklischen Verfestigungsexponenten n' und des zyklischen Verfestigungskoeffizienten K' . Diese Kennwerte wurden über eine Regressionsanalyse der bei halber Anrisswechselzahl gemessenen Spannungs-Dehnungs-Werte ermittelt. Die Größe σ_{cy} stellt die zyklische Ersatzfließgrenze bei einer definierten inelastischen Dehnung $\varepsilon_{\text{off}}^{\text{in}}$ dar. Die Definition einer Ersatzfließgrenze ist erforderlich, insofern der Werkstoff 1.4509 keine ausgeprägte Streckgrenze sondern einen kontinuierlichen Fließbeginn zeigt. In dieser Arbeit wurde standardmäßig ein inelastisches Offset von 0,01 % zur Definition der zyklischen Ersatzfließgrenze verwendet.

Neben der Charakterisierung des temperaturabhängigen Fließ- bzw. Verfestigungsverhaltens innerhalb eines stabilisierten Beanspruchungszyklus mit Hilfe der Ramberg-Osgood Beziehung ist auch das Verfestigungs- bzw. Entfestigungsverhalten über viele Zyklen oder lange Zeiten hinweg von Interesse, was sich – bei dehnungskotrollierten Versuchen – durch eine Zu- bzw.

Abnahme der Spannungsamplitude äußert. Die zyklische Ver- bzw. Entfestigung lässt sich allgemein durch isotope und kinematische Effekte erklären, die aus dem Verlauf der Spannungsamplitude alleine jedoch nicht hervorgehen. Daher wurde das zyklische Verfestigungsverhalten auch anhand der zyklischen Ersatzfließgrenze σ_{cy} betrachtet, die im Rahmen der konstitutiven Materialmodellierung ein Maß für die isotope Festigkeit des Werkstoffs darstellt. Wie zuvor beschrieben erfolgte die Bestimmung der zyklischen Ersatzfließgrenze gemäß der schematischen Darstellung in **Bild 5.25** bei einem konstanten inelastischen Offset ε_{off}^{in} von 0,01 %, wobei eine arithmetische Mittelwertbildung der beim Belasten und Entlasten ermittelten Spannungswerte vorgenommen wurde, so dass

$$\bar{\sigma}_{cy} = (\sigma_{cy,B} + \sigma_{cy,E})/2. \quad (5.11)$$

Es sei an dieser Stelle angemerkt, dass das inelastische Offset bei der experimentellen Bestimmung der Ersatzfließgrenze – im Hinblick auf die Genauigkeit des Modellierungsergebnisses – so klein wie möglich zu wählen ist. Eine untere Grenze für dieses Offset ergibt sich jedoch aus der begrenzten Messgenauigkeit der bei der Versuchsdurchführung verwendeten Dehnungs- und Kraftaufnehmer sowie aus versuchstechnisch bedingten Messabweichungen. Das in dieser Arbeit festgelegte inelastische Dehnungsoffset von 0,01 % stellt hierbei ein Kompromisswert dar, bei dem sich die Fließgrenze hinreichend genau – aber auch eindeutig und reproduzierbar – auf Basis der experimentellen Daten direkt ermitteln ließ.

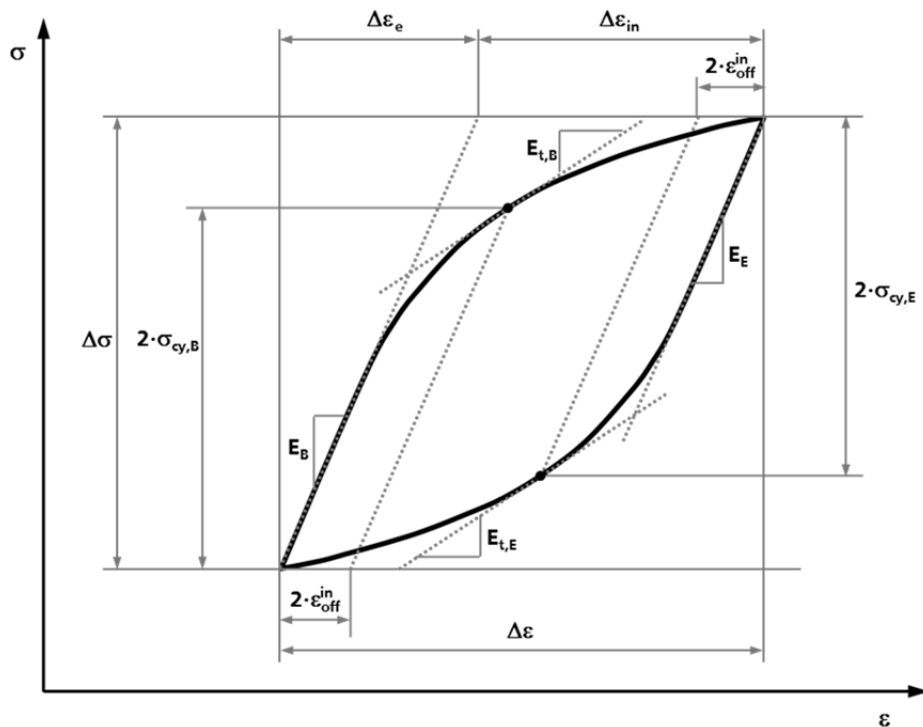


Bild 5.25: Schematische Darstellung einer Hystereseschleife mit Angabe der bei der Auswertung der LCF-Versuche ermittelten Spannungs- und Dehnungsgrößen sowie der Elastizitäts- und Tangentenmoduln beim Belasten (Index B) und Entlasten (Index E)

Um eine qualitative Aussage über die Temperaturabhängigkeit und die Entwicklung kinematischer Verfestigungseffekte zu treffen, wurde der Tangentenmodul E_t , definiert als

$$E_t = \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon}, \quad (5.12)$$

ausgewertet. Der Tangentenmodul entspricht somit der Steigung der Spannungs-Dehnungs-Kurve und wurde – zwecks der Vergleichbarkeit der Werte bei verschiedenen Temperaturen und Dehnraten – standardmäßig bei einem inelastischen Offset von 0,1 % und mittels linearer Regression in einem Intervall der inelastischen Dehnung von maximal $\pm 0,005$ % ermittelt. Analog wie bei der zyklischen Ersatzfließgrenze wurde dabei der arithmetische Mittelwert der beim Belasten und Entlasten ermittelten Werte des Tangentenmoduls gebildet:

$$E_t = (E_{t,B} + E_{t,E})/2. \quad (5.13)$$

Die Evolution der zyklische Ersatzfließgrenze sowie des Tangentenmoduls infolge zyklischer Plastizität wird in den folgenden Abschnitten in der Auftragung über der akkumulierten inelastischen Dehnung $\bar{\varepsilon}^{in}$ graphisch dargestellt. Die akkumulierte inelastische Dehnung, definiert als

$$\bar{\varepsilon}^{in} = \int |\dot{\varepsilon}^{in}| dt, \quad (5.14)$$

wurde dabei aus den experimentellen Daten näherungsweise mit Hilfe der Beziehung

$$\bar{\varepsilon}^{in}(N) \approx 2 \cdot \sum_{j=1}^N \Delta \varepsilon_j^{in} \quad (5.15)$$

berechnet, wobei $\Delta \varepsilon_j^{in}$ die inelastische Dehnungsschwingbreite im j-ten Zyklus darstellt. Ferner erfolgt die Auftragung der Fließgrenze über der akkumulierten Zykluszeit ($\bar{t}_c = N \cdot t_c$), wodurch sich zeitabhängige Effekte aufzeigen lassen.

Neben der Beschreibung des zyklischen Verformungsverhaltens erfolgte auf Basis der dehnungsgeregelten LCF-Versuche eine **Charakterisierung des Lebensdauerverhaltens** bis zum Anriss. Der Zusammenhang zwischen Beanspruchungshöhe und Lebensdauer wird im Folgenden in der üblichen Auftragung der Gesamtdehnungsschwingbreite $\Delta \varepsilon$ über der Anrisswechselzahl N_i (Dehnung-Wöhler-Diagramm) dargestellt. Wie im Abschnitt 4.3 erwähnt, wurde zur Bestimmung der Anrisswechselzahl das 5 %-Lastabfall-Kriterium verwendet. Dazu wird an den Verlauf der Maximalkräfte je Zyklus im gesättigten Bereich eine Gerade angepasst und um -5 % in Krafrichtung verschoben. Infolge zyklischer Belastung kommt es in späten Lebensdauerstadien zu einer Schädigung durch Mikrorisse, wodurch die Last abnimmt. Schneidet die durch den Verlauf der Maximalkraft gedachte Kurve die Lastabfall-Gerade, ist die Anrisswech-

selzahl erreicht. Dieses Kriterium ist motiviert aus der Tatsache, dass die im Zug tragende Querschnittsfläche einer Probe durch Schädigung in Form von Werkstofftrennungen reduziert wird. Die Bildung eines Anrisses mit entsprechender Abmessung kennzeichnet das Ende der Anrisslebensdauer.

5.4.1 LCF-Versuche an Flachproben

Das Ermüdungsverhalten des Blechwerkstoffs 1.4509 im Anlieferungszustand (ohne Kaltverfestigung) wurde auf Basis von LCF-Versuchen an Flachproben charakterisiert. Eine Übersicht der durchgeführten Experimente und der ermittelten Kennwerte zum niederzyklischen Ermüdungsverhalten sind in **Tabelle A.5** im Anhang zu finden.

5.4.1.1 Verformungsverhalten

Eine grundlegende Charakterisierung des Verformungsverhaltens unter niederzyklischer Beanspruchung erfolgte anhand der zyklischen Fließkurve im stabilisierten Zustand. Die zyklischen Fließkurven, abgeleitet aus der Spannungs- und Dehnungsschwingbreite bei halber Anrisswechselzahl $N_i/2$, sind in **Bild 5.26** abgebildet. Die Verläufe wurden dabei mit Hilfe der Ramberg-Osgood-Beziehung nach Gl. (5.10) modelliert. Die zyklischen Fließkurven bei 300 °C und 400 °C liegen nahezu auf der Raumtemperaturkurve. Oberhalb 400 °C staffeln sich die zyklischen Fließkurven nach aufsteigender Temperatur, wobei ein deutlicher Abfall der zyklischen Spannungswerte bei 650 °C und darüber im Vergleich zu 500 °C zu erkennen ist. Die an Flachproben und bei einer Dehnrate von 0,6 %/min ermittelten Modellparameter des zyklischen Fließverhaltens nach Ramberg-Osgood sind in **Tabelle A.8** aufgeführt.

Zum Vergleich sind im Bild 5.26 auch Spannungs-Dehnungs-Verläufe aus Warmzugversuchen mit einer vergleichbaren Dehnrate von 0,5 %/min dargestellt. Die deutlichen Unterschiede in der Spannungs-Dehnungs-Antwort zwischen dem Ausgangszustand (Fließkurven aus Warmzugversuchen) und dem gesättigten Zustand nach LCF-Beanspruchung (zyklische Fließkurven) wird in der Darstellung der Spannungsamplitude σ_a in Abhängigkeit der normierten Lastwechselzahl N/N_i deutlich (**Bild 5.27**). Diese sogenannten Wechselverformungskurven zeigen das komplexe, stark temperaturabhängige zyklische Ver- bzw. Entfestigungsverhalten des Werkstoffs 1.4509 auf. Zwischen RT und 500 °C unterliegen die Proben einer Anfangsverfestigung. Diese ist bei 400 °C so ausgeprägt, dass die Spannungsamplitude bei dieser Temperatur zunächst oberhalb der Werte bei 300 °C liegt. Aufgrund einer mit der Versuchsdauer fortschreitenden Verfestigung nimmt die Spannungsamplitude bei 300 °C zu und erreicht bei halber Anrisswechselzahl nahezu das 400 °C-Niveau. Bei 650 °C zeigt sich eine Anfangsverfestigung gefolgt von einer erheblichen Entfestigung. Bei 700 und 800 °C findet andererseits eine über der gesamten Lebensdauer schwach ausgeprägte Entfestigung statt.

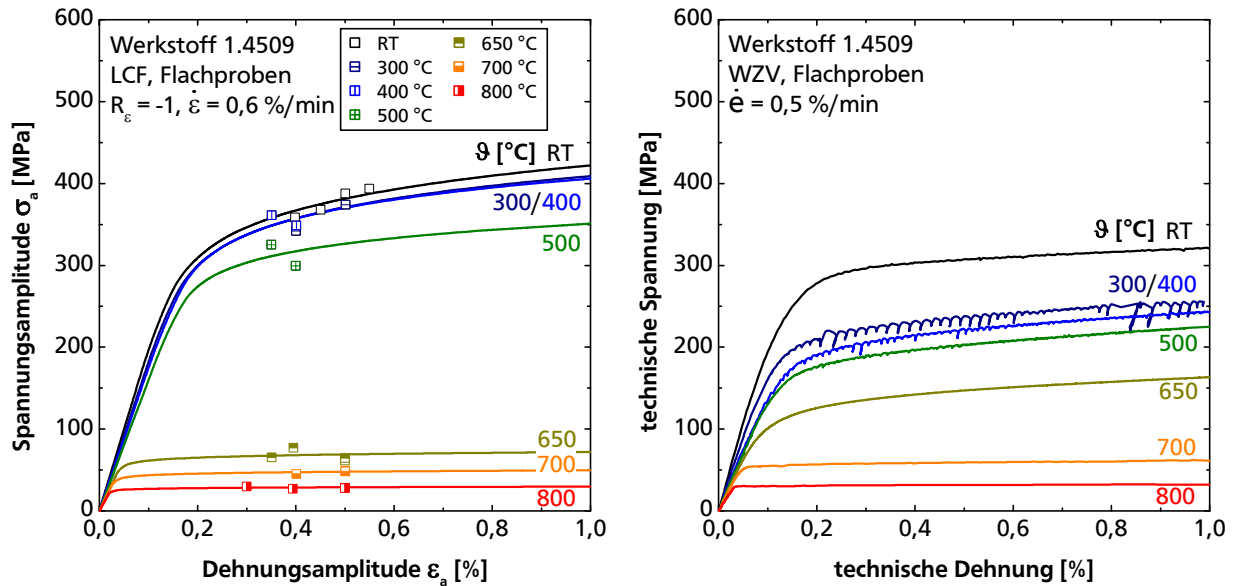


Bild 5.26: Zyklische Fließkurven, ermittelt bei halber Anrisswechselzahl und bei einer Dehnrate von 0,6 %/min (a). Spannungs-Dehnungs-Verläufe aus (Warm-)Zugversuchen (b)

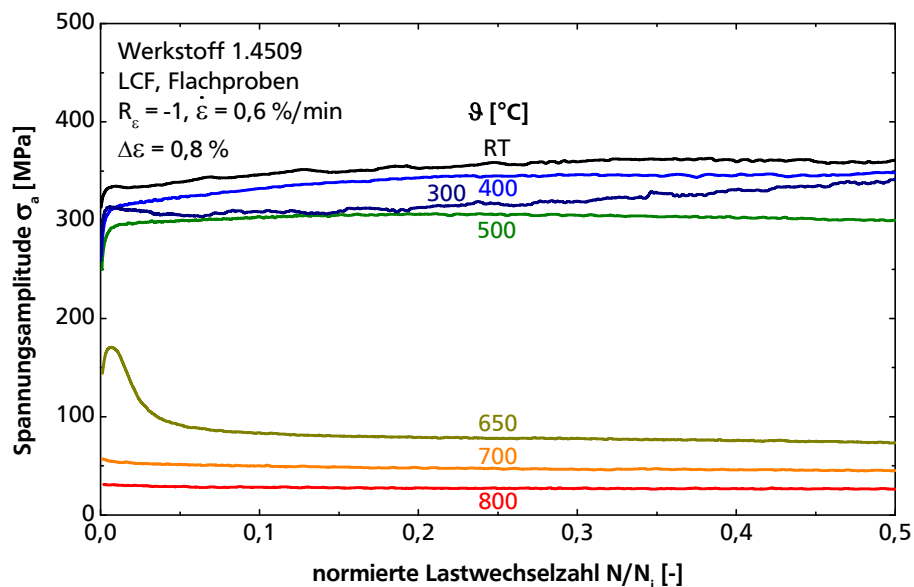


Bild 5.27: Spannungsamplitude σ_a über normierter Lastwechselzahl N/N_i , Dehnungsschwingbreite $\Delta\varepsilon = 0,8 \text{ \%}$, Temperaturbereich RT bis 800 °C

Bild 5.28 zeigt den Verlauf der zyklischen Ersatzfließgrenze über der akkumulierten inelastischen Dehnung für repräsentative Versuche bei Temperaturen zwischen Raumtemperatur und 800 °C. Ähnlich wie im Verlauf der Spannungsamplitude über der normierten Lastwechselzahl in Bild 5.27 zeigt sich bis 500 °C zu Beginn einen signifikanten Anstieg (Anfangsverfestigung). Bei Raumtemperatur wird mit fortschreitender Wechselplastizität ein gesättigter Zustand erreicht. Im mittleren Temperaturbereich (300 bis 500 °C) geht die zyklische Fließgrenze nach der Anfangsverfestigung jedoch nicht in einem gesättigten Zustand über, sondern nimmt zunächst weiter zu und erreicht erst in einem späten Lebensdauerstadium ein Maximum. Dieses Verhalten deutet auf das Auftreten von thermisch aktivierten Reckalterungsprozessen hin.

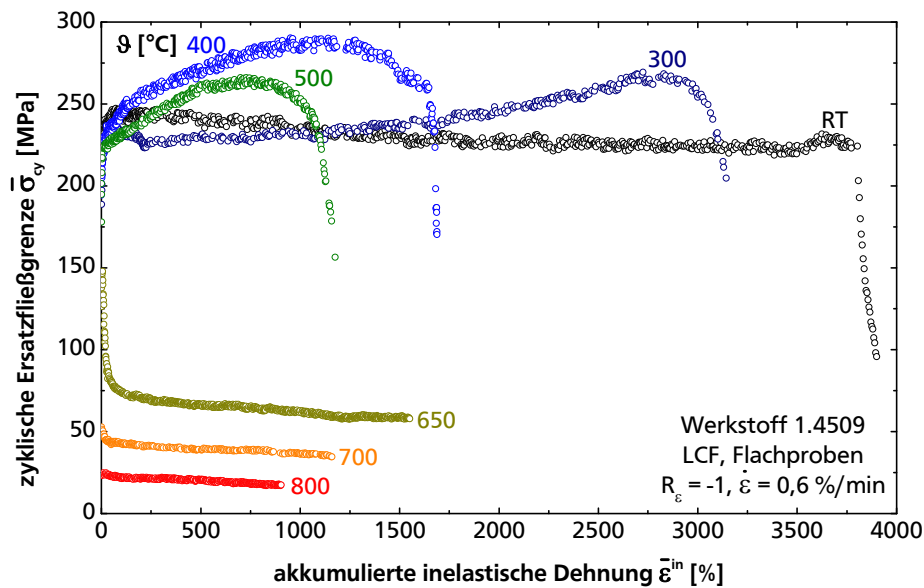


Bild 5.28: Zyklische Ersatzfließgrenze $\bar{\sigma}_{cy}$, ermittelt bei einer inelastischen Dehnung von 0,01 %, über der akkumulierten inelastischen Dehnung, konstante Dehnrage $\dot{\epsilon} = 0,6 \text{ \%/min}$, Temperaturbereich RT bis 800 °C

Bei Temperaturen von 650 °C und höher zeichnet sich der Verlauf der Fließgrenze durch eine zyklische Entfestigung aus, wobei eine mit steigender Temperatur abnehmende Anfangsentfestigungsrate (bezogen auf der akkumulierten inelastischen Dehnung) zu beobachten ist. Ferner geht aus Bild 5.28 hervor, dass das Vermögen des Werkstoffs 1.4509, zyklische Plastizität zu akkumulieren, mit steigender Temperatur drastisch zurückgeht.

Eine Auftragung des Tangentenmoduls, welcher für jeden Zyklus mit Hilfe von Gln. (5.12) und (5.13) bei einer inelastischen Referenzdehnung von 0,1 % ermittelt wurde, über der akkumulierten inelastischen Dehnung ist in Bild 5.29 dargestellt. Der Tangentenmodul, der als Maß für die Dehnungsverfestigung innerhalb eines Beanspruchungszyklus herangezogen wird, zeigt zu Beginn der LCF-Beanspruchung eine signifikante Temperaturabhängigkeit, wobei die Werte bei 700 und 800 °C mit jeweils etwa 2 und 0,6 GPa nur ein Bruchteil des RT-Wertes von etwa 30 GPa darstellen. Das Dehnungsverfestigungsverhalten ändert sich infolge plastischer Wechselbeanspruchung auch temperaturabhängig. Bei Raumtemperatur, 300 und 400 °C findet nach einer anfänglichen transienten Phase ein kontinuierlicher Anstieg des Tangentenmoduls bis zum Erreichen eines Sättigungswertes erst bei einer hohen akkumulierten inelastischen Dehnung von etwa 700 % statt. Bei 500 °C zeigt sich dagegen bei hohen akkumulierten inelastischen Dehnungen ein geringer Abfall des Tangentenmoduls. Der Verlauf bei 650 °C ähnelt dem Verlauf der zyklischen Fließgrenze und zeigt zu Anfang einen Anstieg, gefolgt von einem deutlichen Rückgang. Oberhalb 650 °C lässt sich anhand dieser Auswertung keine signifikante Änderung des Dehnungsverfestigungsverhaltens feststellen, was aus dem nahezu konstanten Verlauf des Tangentenmoduls bei 700 und 800 °C hervorgeht.

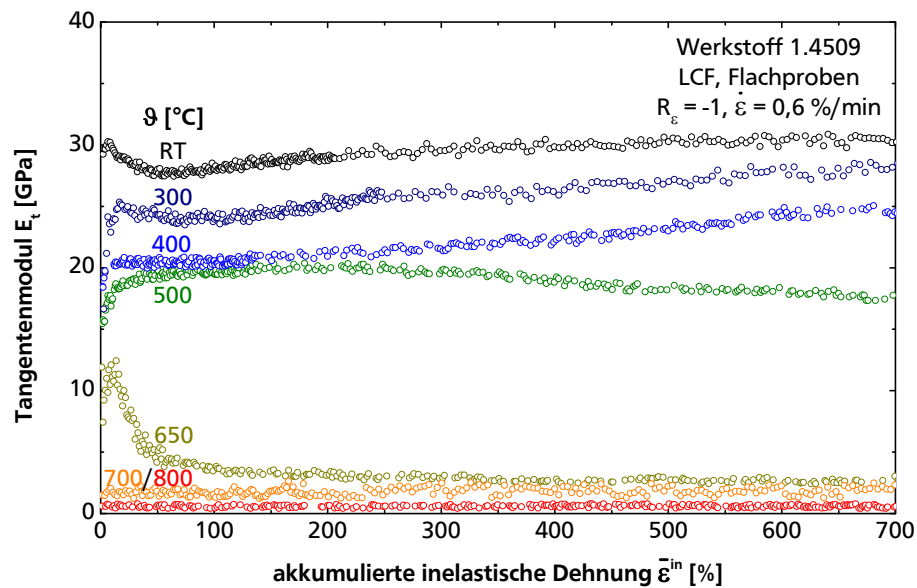


Bild 5.29: Verlauf des Tangentenmodul E_t , ermittelt bei einem Referenzwert der inelastischen Dehnung von 0,1 %, über der akkumulierten inelastischen Dehnung, konstante Dehnrate $\dot{\varepsilon} = 0,6 \text{ \%/min}$, Temperaturbereich RT bis 800 °C

Die oben beschriebene Analyse der an Flachproben gewonnenen LCF-Versuchsdaten zeigt, dass sich sowohl die Fließgrenze als auch die Dehnungsverfestigung des ferritischen Werkstoffs 1.4509 unter niederzyklischer Beanspruchung bei allen untersuchten Temperaturen in komplexer Weise ändert. Im Rahmen der konstitutiven Werkstoffmodellierung lässt sich dieses Verhalten am genauesten unter Verwendung von sowohl isotropen als auch kinematischen inneren Variablen abbilden. Im Abschnitt 5.4.2.1 wird eine analoge Auswertung der an Rohrproben gewonnen Ergebnisse präsentiert, um den Einfluss der Kaltverfestigung auf das Verformungsverhalten unter LCF-Beanspruchung aufzuzeigen.

5.4.1.2 Lebensdauerverhalten

Einen Überblick über die durchgeführten LCF-Versuche an Flachproben zeigt das Dehnung-Wöhler-Diagramm in **Bild 5.30**. Darin sind die Anrisswechselzahlen N_i – ausgewertet bei einem Abfall der Maximallast von 5 % – temperaturabhängig gegen die mechanische Dehnschwingbreite $\Delta\varepsilon$ dargestellt. Im Temperaturbereich von RT bis 300 °C sind zusätzlich Einzelergebnisse der am Fraunhofer IWM durchgeführten LCF-Versuche an Rohrproben eingetragen. Die Anrisswechselzahlen für Temperaturen zwischen RT und 300 °C liegen in einem vergleichsweise schmalen Streuband. Insgesamt staffeln sich die Anrisskennlinien nach aufsteigenden Temperaturen, wobei die Streuung bezogen auf die einzelnen Kennlinien einen Faktor von etwa 1,3 nicht überschreitet. Eine Besonderheit in der Temperaturabhängigkeit der Lebensdauer geht aus der Auftragung der Anrisswechselzahl über der Temperatur in **Bild 5.31** hervor. Basierend auf der Tatsache, dass sich in dieser Darstellung die Linien konstanter Dehnschwingbreite nach aufsteigender Beanspruchungshöhe staffeln und nicht schneiden,

ließ sich – trotz der begrenzten Anzahl an Versuchen – der eingezeichnete Kurvenverlauf generieren. Erwartungsgemäß nimmt die Lebensdauer mit steigender Temperatur ab. Allerdings zeigt sich – entgegen dem üblichen Trend eines allmählichen Rückgangs – eine ausgeprägte Absenkung der Anrisslebensdauer im Temperaturbereich zwischen etwa 300 und 600 °C. Dabei handelt es sich um das Temperaturintervall, in dem – basierend auf den Untersuchungen zum quasistatischen Kurzzeitverhalten (Abschnitt 5.2) – Reckalterungseffekte auftreten.

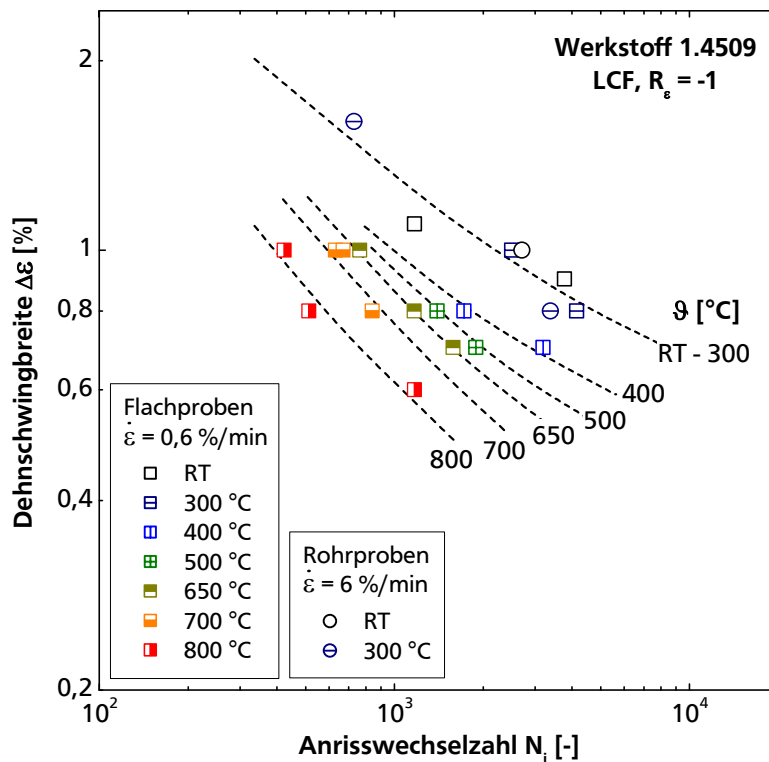


Bild 5.30: Dehnung-Wöhler-Kurven der an Flachproben und mit einer Dehnrates von 0,6 %/min durchgeführten LCF-Versuche, Temperaturbereich: RT bis 800 °C

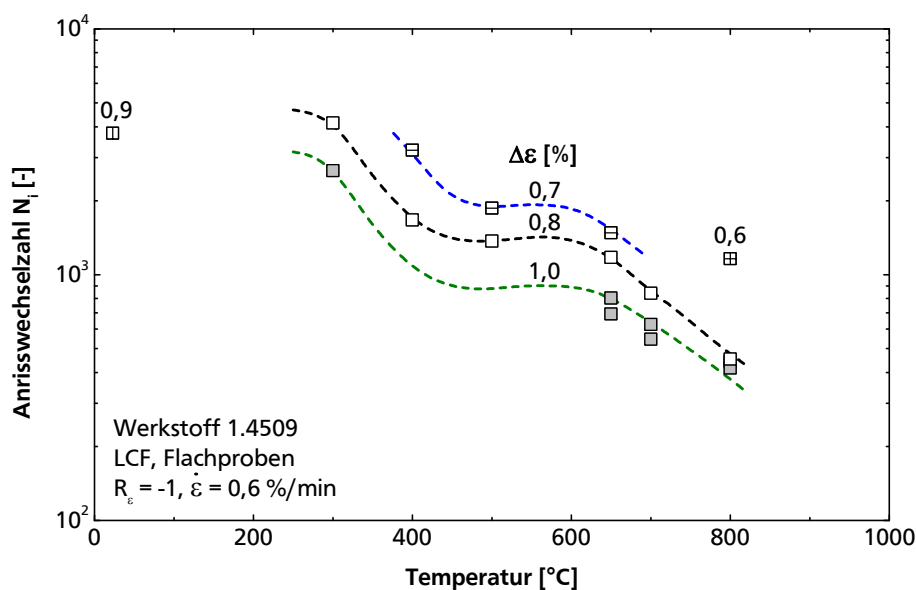


Bild 5.31: Temperaturabhängigkeit der LCF-Lebensdauer von Flachproben, Dehnrates 0,6 %/min, Kurven konstanter Dehnschwingbreite $\Delta\epsilon$ graphisch generiert

Der negative Einfluss der dynamischen Reckalterung auf die Lebensdauer unter dehnungskontrollierter LCF-Beanspruchung ist aus experimentellen Untersuchungen an sowohl austenitischen [112, 191, 192, 193] als auch ferritischen [194] Stählen bekannt. Die schädliche Wirkung wird dabei im Grunde auf eine Änderung des Mechanismus der plastischen Verformung zurückgeführt. Im Bereich des Auftretens dynamischer Reckalterung bewirkt die Wechselwirkung zwischen Versetzungen und Fremdatomen eine Behinderung von Quergleit- und Kletterprozessen, wodurch die Bildung von Versetzungszell- und Subkornstrukturen verzögert wird. Entsprechend begünstigt die dynamische Reckalterung das planare Gleiten, was mit der Bildung von Gleitbändern einhergeht. Innerhalb dieser Gleitbänder ist die Gleitgeschwindigkeit der Versetzungen vergleichsweise hoch, so dass eine Wechselwirkung mit Fremdatomen in diesen Kornbereichen nicht stattfindet. Die plastischen Dehnungen werden somit in Kornbereiche höher und niedriger Amplitude aufgeteilt, wodurch der Grad der Verformungsinhomogenität gesteigert wird. Mit einer stärker wirkenden Reckalterung vergrößert sich der mittlere Abstand zwischen Gleitbändern [191]. Eine Verminderung der Anrisslebensdauer ist auf die Lokalisierung der plastischen Verformung in Gleitbändern zurückzuführen, insofern diese eine spröde transkristalline Spaltrissausbreitung begünstigen kann. Ferner führen die höheren Spannungen, die sich infolge der ausgeprägten zyklischen Verfestigung ergeben, zu höheren Spannungskonzentrationen an Rissspitzen. Entsprechend höhere Risswachstumsgeschwindigkeiten gehen mit einer Verkürzung der Anrisslebensdauer einher. Die ausgeprägte zyklische Verfestigung im Bereich der dynamischen Reckalterung lässt sich durch die Behinderung von Quergleitprozessen und die damit verbundene Reduzierung des dynamischen Erholungsvermögens erklären, wodurch die Versetzungsdichte in Kornbereichen zwischen Gleitbändern – und somit die Gesamtversetzungsdichte – erhöht wird.

Inwiefern die oben beschriebenen Auswirkungen der dynamischen Reckalterung auf die Mikrostrukturentwicklung für den Werkstoff 1.4509 zutreffen wird im Abschnitt 5.6 auf Basis von metallographischen Untersuchungen von LCF-Flachproben aufgezeigt.

5.4.2 LCF-Versuche an Rohrproben

Isotherme Ermüdungsversuche an Rohrproben erfolgten durch das Fraunhofer IWM. Zwecks der Gewinnung von möglichst umfangreichen Informationen für die Anpassung von Plastizitätsmodellen, wurden auch so genannte CLCF-Versuche (engl. *Complex Low-Cycle-Fatigue*) durchgeführt. Diese zeichnen sich dadurch aus, dass zusätzlich zu den Ermüdungszyklen zu Versuchsbeginn auch Zyklen mit unterschiedlichen Dehnraten und Haltezeiten gefahren werden. Im vorliegenden Fall wurden als anwendungsrelevante Dehnraten 10^{-5} , 10^{-4} und 10^{-3} 1/s verwendet. Die Ergebnisse der an Rohrproben durchgeführten Ermüdungsversuche sind in **Tabelle A.6** und **Tabelle A.7** im Anhang aufgelistet.

5.4.2.1 Verformungsverhalten

Die grundlegende Charakterisierung des niederzyklischen Verformungsverhaltens für den kaltverfestigten Zustand der untersuchten Rohrproben erfolgte auf Basis der zyklischen Fließkurve. Dabei wurde an die Hysterese bei halber Lebensdauer die Ramberg-Osgood-Funktion gemäß Gl. (5.10) angepasst. Die zyklischen Fließkurven sind zusammen mit den experimentellen (ϵ_a ; σ_a)-Werten in **Bild 5.32** dargestellt. Dabei ist auffällig, dass die Fließspannungen bei 400 °C im Vergleich zu den 300 °C-Werten höher liegen. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Spannungsamplitude bei 300 °C nach einer transienten Entfestigungsphase nahezu konstant verläuft und bei 400 °C andererseits mit der Zyklenzahl kontinuierlich ansteigt. Dies lässt sich den Wechselverformungskurven in **Bild 5.33** entnehmen. Die an Rohrproben und bei einer Dehnrate von 6 %/min ermittelten Ramberg-Osgood-Parameter sind in **Tabelle A.9** im Anhang aufgeführt.

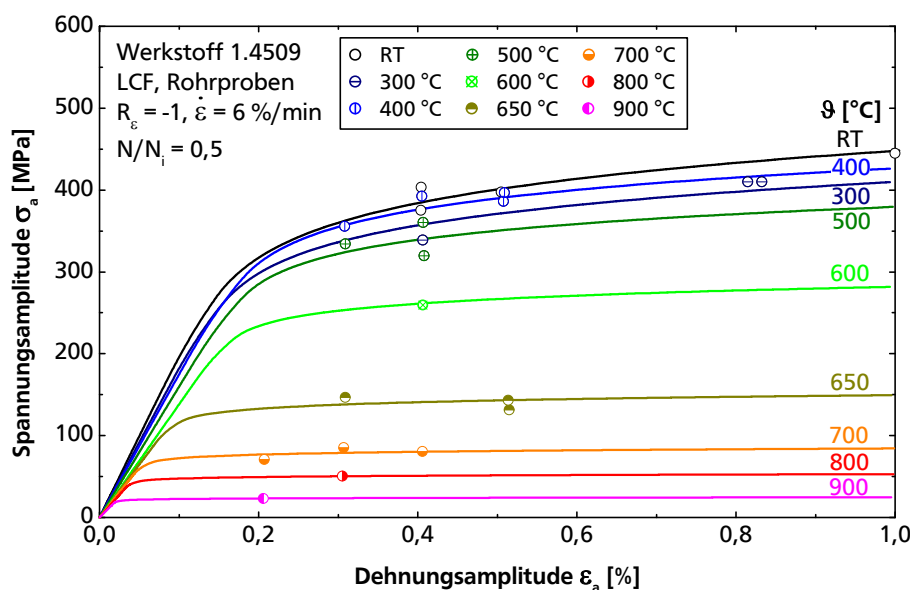


Bild 5.32: Zyklische Fließkurven, ermittelt bei halber Anrisswechselzahl und bei einer Dehnrage von 6 %/min

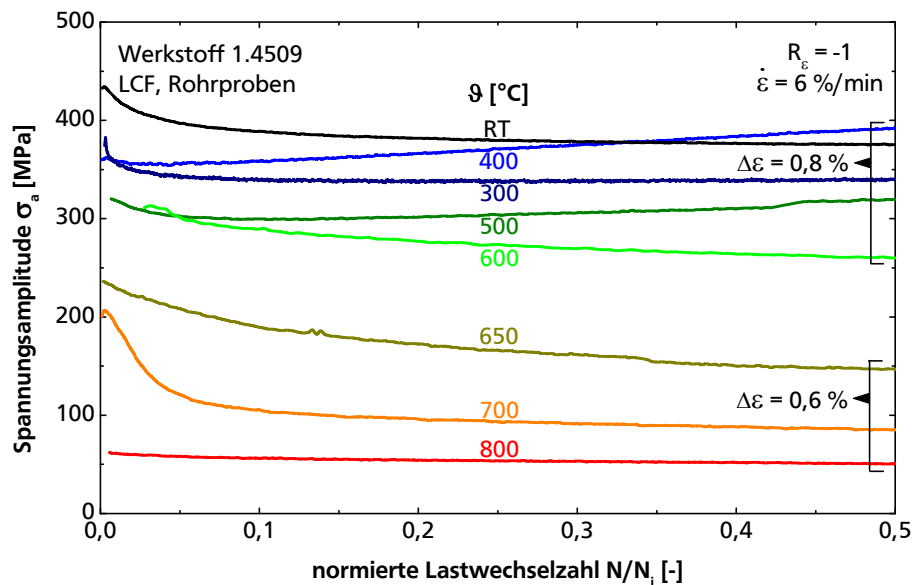


Bild 5.33: Spannungsamplitude σ_a über normierter Lastwechselzahl N/N_i , Dehnungsschwingbreite $\Delta\epsilon = 0,8$ bzw. $0,6$ %, Temperaturbereich RT bis 800 °C

Das unterschiedliche zyklische Verfestigungsverhalten des Werkstoffes 1.4509 im kaltverfestigten Zustand (Rohrprobe) im Vergleich zum unverformten Ausgangszustand (Flachprobe) wird im Folgenden anhand einer Auswertung der zyklischen Ersatzfließgrenze dargestellt. Die Betrachtung erfolgt in der Reihenfolge aufsteigender Temperaturen.

Bild 5.34a zeigt den Verlauf der zyklischen Ersatzfließgrenze bei Raumtemperatur über der akkumulierten inelastischen Dehnung von Versuchen an Flachproben (Grundwerkstoff im Ausgangszustand) und Rohrproben (Grundwerkstoff mit durchschnittlichem Kaltverformungsgrad von $7,5$ %) mit verschiedenen Gesamtdehnschwingbreiten im Bereich von $0,8$ bis $1,0$ %. Es ist deutlich zu erkennen, dass das zyklische Verfestigungsverhalten durch den Grad der Kaltverformung bestimmt ist. Die an Rohrproben ermittelte Fließgrenze startet auf einem um etwa 100 MPa höheren Spannungsniveau. Infolge einer ausgeprägten zyklischen Anfangsverfestigung (bei Flachproben) bzw. Anfangsentfestigung (bei Rohrproben) nähern sich die Spannungswerte für beide Werkstoffzustände an. Bei hohen akkumulierten inelastischen Dehnungen bleibt jedoch die Fließgrenze des kaltverformten Werkstoffs auf einem höheren Niveau. Dieser Unterschied lässt sich darauf zurückzuführen, dass die Versuche an Rohrproben bei einer um den Faktor 10 höheren Dehnrates durchgeführt wurden. Dabei kann die Verformungsgeschwindigkeit das Verhalten in zweierlei Weise beeinflussen. Einerseits liegt bei Raumtemperatur eine unmittelbar auftretende, positive Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung vor, die bei der Untersuchung der quasistatischen Kurzzeiteigenschaften (Abschnitt 5.2) festgestellt werden konnte, und auch unter niederzyklischer Beanspruchung beobachtet wurde. Als Beispiel zeigt **Bild 5.34b** Spannungs-Dehnungs-Hystereseschleifen aus einem dem konventionellen LCF-Versuch vorgeschalteten Vorprogramm, in dem die Dehnrates sukzessive

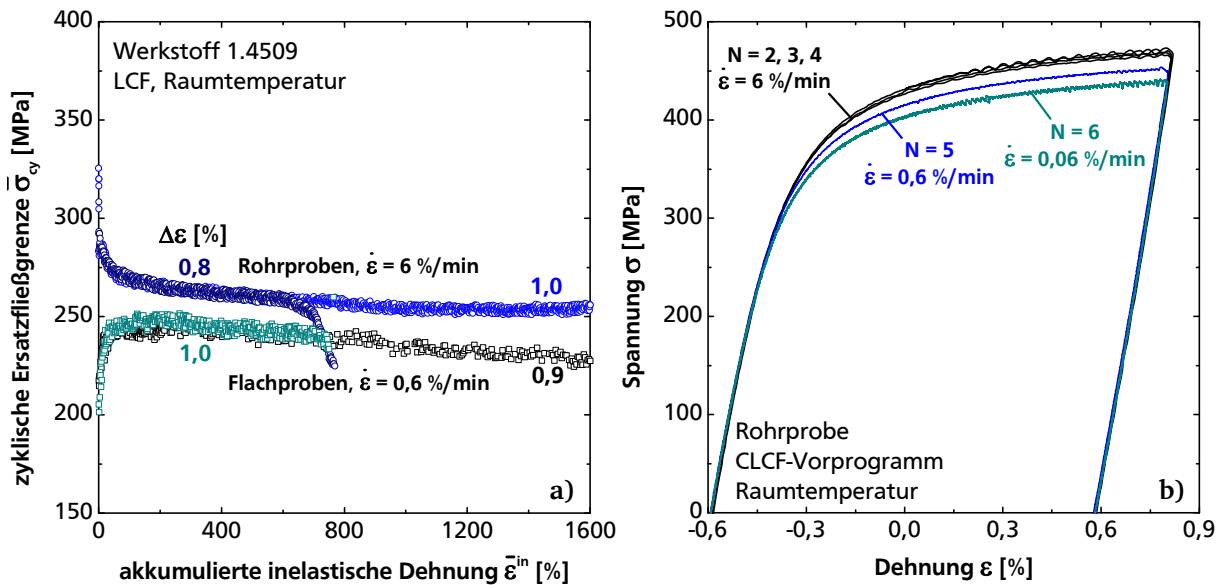


Bild 5.34: Zyklische Ersatzfließgrenze über der akkumulierten inelastischen Dehnung bei Raumtemperatur (a). Positive Dehnratenabhängigkeit bei Raumtemperatur am Beispiel von an einer Rohrprobe gemessenen Spannungs-Dehnungs-Hystereseschleifen bei verschiedenen Dehnraten (Vorprogramm eines CLCF-Versuchs) (b)

um den Faktor 10 reduziert wurde. Der Übersicht halber ist in diesem Diagramm nur der Bereich positiver Spannungen dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Fließspannung mit abnehmender Verformungsgeschwindigkeit zurückgeht. Neben diesem unmittelbar auftretenden Fließspannungsanstieg ist die Erhöhung der Dehnraten mit einer stärkeren Wirkung thermisch aktivierbarer Hindernisse vom Peierls-Typ verbunden, was im Bereich der Niedertemperaturplastizität von krz-Metallen mit einer Reduzierung der Gleitfähigkeit von Schraubenversetzungen und folglich mit einem begrenzten dynamischen Erholungsvermögen einhergeht [188, 189].

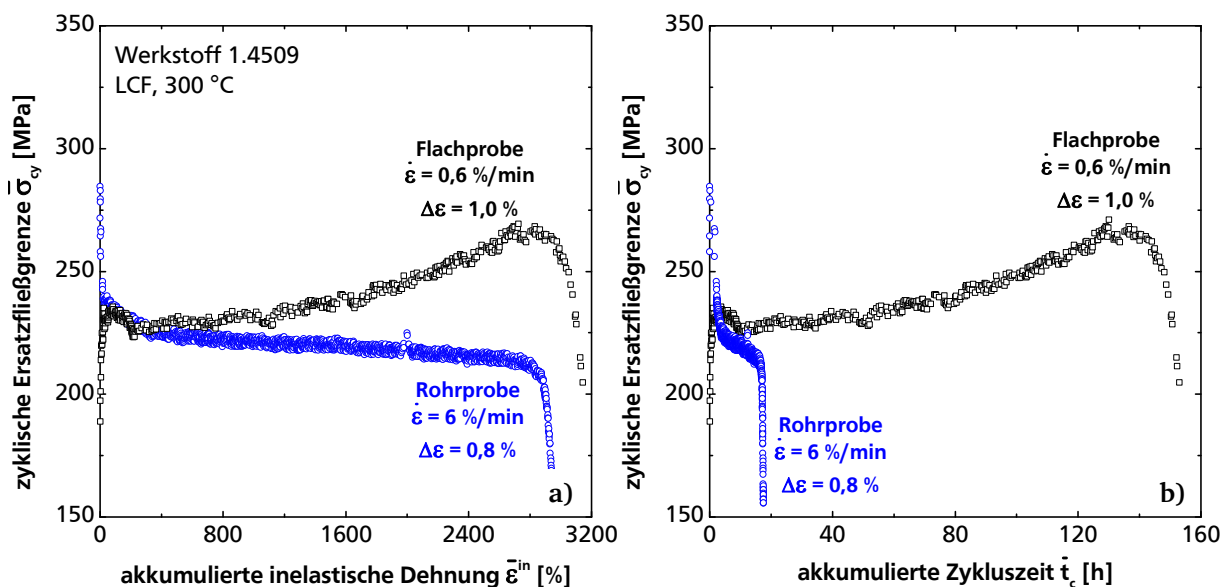


Bild 5.35: Zyklische Ersatzfließgrenze über der akkumulierten inelastischen Dehnung (a) und über der akkumulierten Zykluszeit (b) bei 300 °C

Bei 300 °C konvergiert die Fließgrenze für beide Werkstoffzustände bis zu einer akkumulierten inelastischen Dehnung von etwa 200 % auf ein gemeinsames Niveau (**Bild 5.35a**). Diese anfängliche Unabhängigkeit des Sättigungswertes der Fließgrenze vom Grad der Vorverformung widerspiegelt das typische Verhalten von krz-Metallen, die ein welliges Gleiten aufweisen. Dabei können Schraubenversetzungen ihre Gleitebene durch Quergleitprozesse wechseln, wodurch dynamische Erholungsvorgänge begünstigt werden [195]. Davon abweichend zeigt sich bei höheren Werten der akkumulierten inelastischen Dehnung, dass die Flachprobe nicht in einem gesättigten Zustand bleibt, sondern kontinuierlich verfestigt. In Anlehnung an die im Abschnitt 2.2.3.3 zusammengefassten Ergebnisse aus der Literatur lässt sich die Verfestigung bei 300 °C durch den zeitabhängigen Reckalterungseinfluss erklären. Die Tatsache, dass die Rohrproben keine zyklische Verfestigung zeigen, hängt damit zusammen, dass diese Versuche mit einer um den Faktor 10 höheren Dehnrates durchgeführt wurden. Die Rohrproben versagen entsprechend zu einem früheren Zeitpunkt und bevor die verfestigende Wirkung des Reckalterungsprozesses einsetzt. Dies geht aus der Auftragung der Fließgrenze über der akkumulierten Zykluszeit in **Bild 5.35b** hervor.

Im Temperaturbereich von 400 bis 500 °C zeigt der Werkstoff unabhängig vom Ausgangszustand eine ausgeprägte Verfestigung (**Bild 5.36**). Bei diesen Temperaturen wurden auch an Flachproben einzelne Versuche mit der hohen Dehnrates (6 %/min) durchgeführt, so dass ein direkter Vergleich zwischen den unverformten und den kaltverformten Werkstoffzustand möglich ist. Bei gleicher Verformungsgeschwindigkeit erreichen die Rohrproben über der gesamten Lebensdauer deutlich höhere Fließspannungswerte als die Flachproben. Somit lässt sich feststellen, dass eine Erholung der Kaltverfestigung in diesem mittleren Temperaturbereich stark unterdrückt ist. In Übereinstimmung mit den Ergebnissen aus Warmzugversuchen (Abschnitt 5.2) zeigt der Werkstoff im Ausgangszustand eine ausgeprägte negative Dehnratenabhängigkeit der zyklischen Spannungswerte. Die Flachproben zeigen bei der niedrigen Dehnrates von 0,6 %/min eine sehr hohe zyklische Anfangsverfestigung, wodurch die Fließgrenze nach wenigen Zyklen das Spannungsniveau der Rohrproben erreicht und anschließend ungefähr mit der gleichen Rate weiter ansteigt. Für einen bestimmten Wert der akkumulierten inelastischen Dehnung scheint es ein Sättigungswert der zyklischen Fließgrenze zu existieren, welcher möglicherweise mit einem Höchstwert der Versetzungsdichte einhergeht.

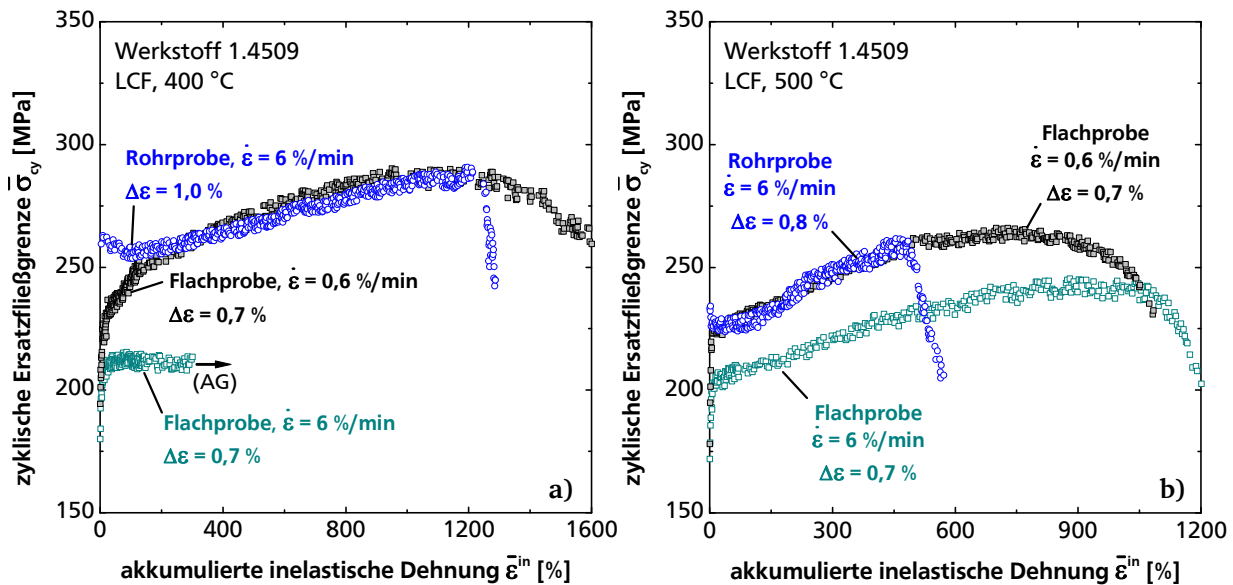


Bild 5.36: Zyklische Ersatzfließgrenze über der akkumulierten inelastischen Dehnung bei 400 °C (a) und 500 °C (b)

Ab 600 °C zeigt der Werkstoff 1.4509 erwartungsgemäß einen zunehmend zeitabhängigen Abbau der Kaltverfestigung. Basierend auf den Untersuchungen zum quasistatischen Kurzzeitverhalten (Abschnitt 5.2) sowie zum Kriechverhalten (Abschnitt 5.3) wirken im oberen Temperaturbereich mehrere Entfestigungsmechanismen gleichzeitig zusammen. Neben den statischen und dynamischen Erholungsvorgängen, die eine Umlagerung und einen Abbau von Versetzungen bewirken, findet die zeit- und temperaturabhängige Entfestigung infolge der Ausscheidung und Vergrößerung der Niob-reichen Laves-Phase statt. Ferner ist die Zeitabhängigkeit infolge überlagerter Kriechprozesse einzubeziehen. Daher ist zwecks der Bewertung des zyklischen Entfestigungsverhaltens ein direkter Vergleich zwischen den beiden Werkstoffzuständen nur bei gleicher Verformungsgeschwindigkeit möglich. Dies ist am Beispiel von Versuchen bei 650 °C in **Bild 5.37a** ersichtlich. Die Flachprobe (dunkelcyan markierter Verlauf), verfestigt zunächst, bevor sie deutlich entfestigt. Bei der gleichen Dehnrage startet die Rohrprobe (blau) zwar bei einem um etwa 50 MPa höheren Wert der zyklischen Fließgrenze, zeigt aber auch eine deutlich höhere zyklische Entfestigung. Bei einer akkumulierten inelastischen Dehnung von etwa 100 % konvergiert die Fließgrenze für beide Werkstoffzustände auf ein gemeinsames Niveau und nimmt im weiteren Verlauf mit einer vergleichbaren Steigung weiter ab. Es lässt sich daraus folgern, dass die Kaltverfestigung infolge der LCF-Beanspruchung bei dieser Temperatur nahezu vollständig abgebaut wird. Die Flachprobe, die mit einer niedrigeren Dehnrage beansprucht wurde (grau markierter Verlauf in Bild 5.37a), zeigt in der Auftragung über der akkumulierten inelastischen Dehnung eine höhere zyklische Entfestigung und entsprechend niedrigere Werte der zyklischen Fließgrenze, was auf die oben genannten, zeitabhängigen Entfestigungsmechanismen zurückzuführen ist.

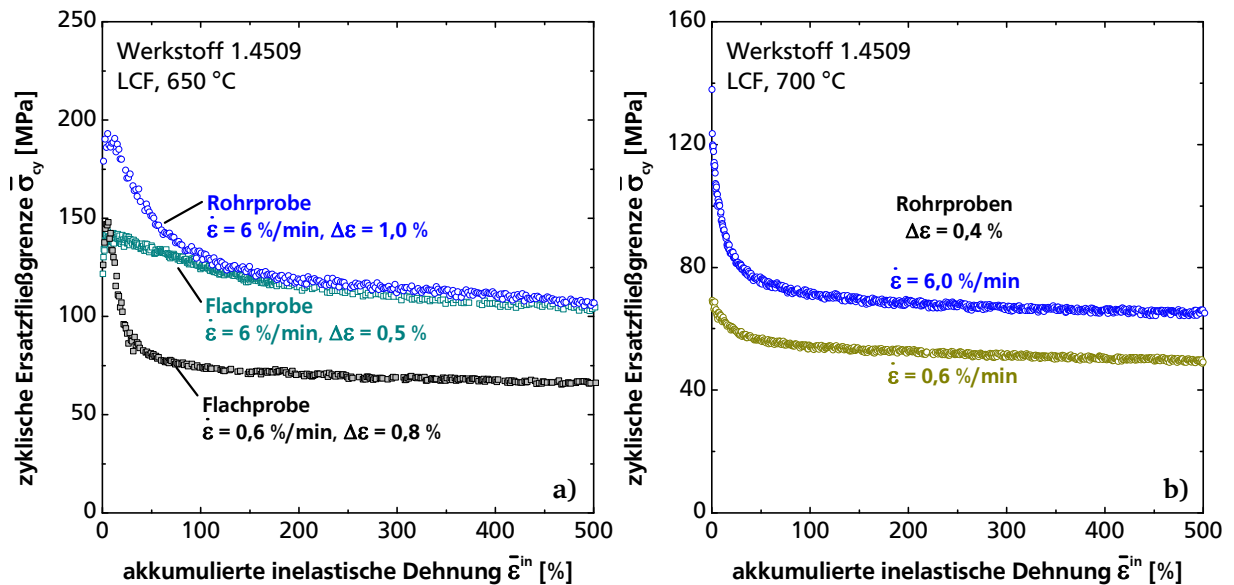


Bild 5.37: Zyklische Ersatzfließgrenze über der akkumulierten inelastischen Dehnung bei 650 °C (a) und 700 °C (b)

Der Abbau der Kaltverfestigung geht bei Temperaturen von 700 °C und höher in ein zunehmend zeitabhängiges Verhalten über. Dies lässt sich aus der Dehnratenabhängigkeit des zyklischen Entfestigungsverhaltens von Rohrproben im oberen Temperaturbereich ableiten. **Bild 5.37b** zeigt beispielsweise den Verlauf der zyklischen Fließgrenze über der akkumulierten inelastischen Dehnung für einen Versuch mit 6 %/min (blaue Symbole) und einen Versuch mit 0,6 %/min (dunkelgelbe Symbole).

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass der Grad der Kaltverformung einen signifikanten Einfluss auf das zyklische Verfestigungs- bzw. Entfestigungsverhalten des Werkstoffes 1.4509 unter isothermer LCF-Beanspruchung hat. Diese Abhängigkeit tritt insbesondere im mittleren Anwendungstemperaturbereich von etwa 400 bis 500 °C auf, in dem es nicht zu einer Erholung der Kaltverfestigung infolge zyklischer Plastizität kommt. Dies hat zur Folge, dass der Anfangszustand des Werkstoffes hinsichtlich einer realitätsnahen Modellierung des Verformungsverhaltens von Bauteilen aus ferritischen nichtrostenden Stählen bekannt sein muss. Zusätzlich zum Grad der Vorverformung beeinflusst auch die Verformungsgeschwindigkeit das zyklische Fließverhalten wesentlich. In Übereinstimmung mit den im Abschnitt 5.2 vorgestellten Ergebnissen zum quasistatischen Kurzzeitverhalten, ließen sich für den ferritischen nichtrostenden Stahl 1.4509 im untersuchten Bereich der Dehnraten von etwa 10^{-5} bis 10^{-3} 1/s Temperaturbereiche mit entweder positiver oder negativer Dehnratenabhängigkeit der zyklischen Fließgrenze identifizieren.

5.4.2.2 Lebensdauerverhalten

Wie im Abschnitt 4.3 beschrieben, handelt es sich bei den untersuchten Proben um aus dem Blech gebogene, längsnaht-geschweißte Rohre. Metallographische und fraktographische Untersuchungen zeigten, dass die Ermüdungsrisse bei einigen Proben im Bereich der Schweißnaht initiierten [169]. Eine Reduzierung der Anrisslebensdauer bezogen auf dem Grundwerkstoffverhalten wird in diesen Fällen unterstellt, konnte jedoch im Rahmen dieser Arbeit – aufgrund der begrenzten Anzahl an Versuchen – quantitativ nicht erfasst werden. Dennoch ließen sich die Lebensdauern von Proben mit Schweißnahtversagen heranziehen, um das Lebensdauerverhalten des Blechwerkstoffes 1.4509 im kaltverformten Zustand qualitativ zu bewerten.

Eine zusammenfassende Dehnung-Wöhler-Darstellung der Anrisslebensdauer von Rohrproben mit Versagen im Grundwerkstoff, ergänzt um Proben mit Schweißnahtversagen sowie Flachproben bei RT und 300 °C, zeigt **Bild 5.38**. Im unteren Temperaturbereich bis 500 °C staffeln sich die Anrisskennlinien nach aufsteigender Temperatur. Im oberen Temperaturbereich zeigt sich die Besonderheit, dass bei 600 und 650 °C eine verhältnismäßig zu geringe Anrisswechselzahl erreicht wird. Die entsprechenden Lebensdauerdatenpunkte liegen teilweise sogar unterhalb der Dehnung-Wöhler-Linie bei 700 °C.

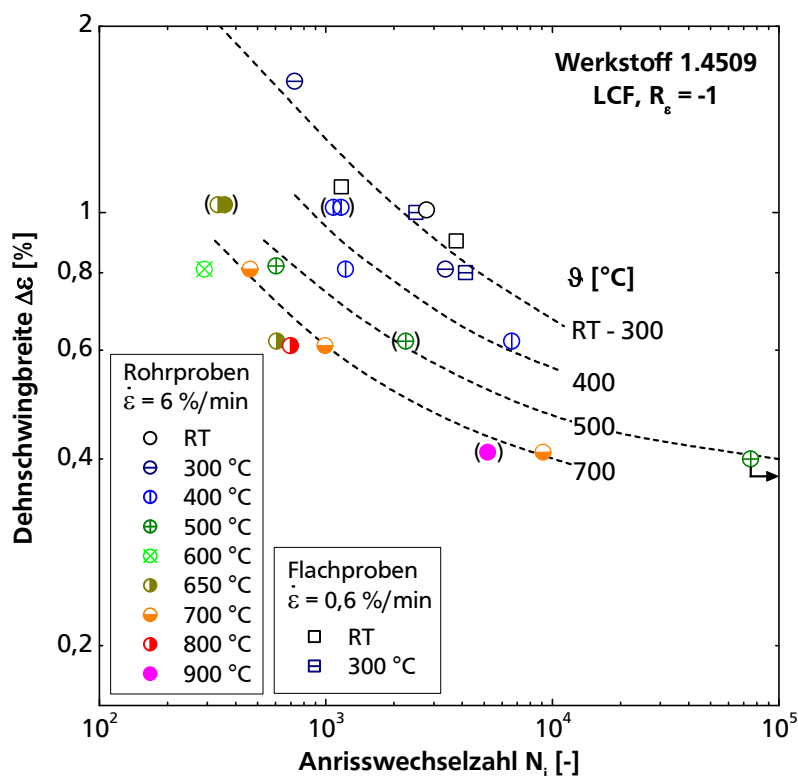


Bild 5.38: Dehnung-Wöhler-Kurven der an Rohrproben und mit einer Dehnrates von 6 %/min durchgeführten LCF-Versuche. Eingeklammerte Datenpunkte: Schweißnahtversagen. Mit → gekennzeichnete Datenpunkte: Durchläufer

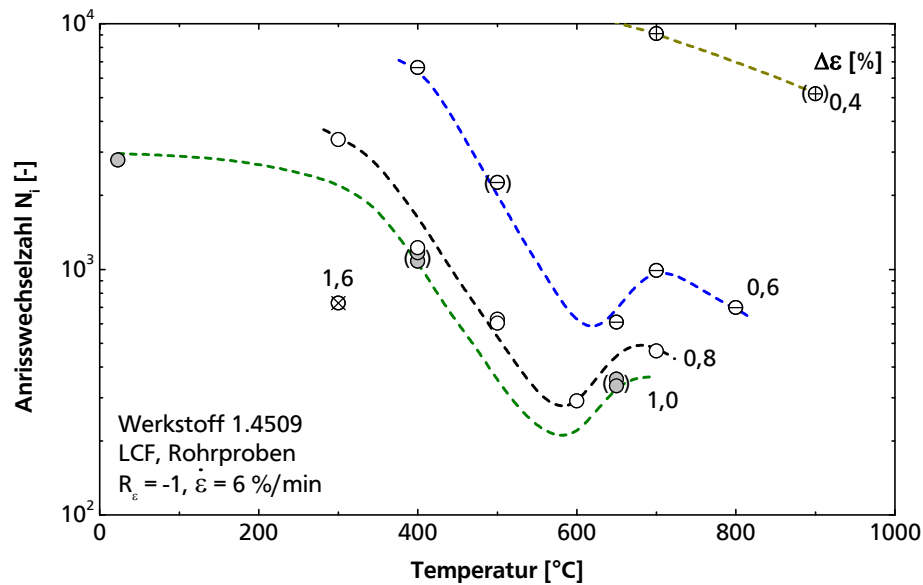


Bild 5.39: Temperaturabhängigkeit der LCF-Lebensdauer von Rohrproben, Dehnrage 6 %/min, Eingeklammerte Datenpunkte: Schweißnahtversagen. Kurven konstanter Dehnschwingbreite $\Delta\epsilon$ graphisch generiert

Ähnlich wie bei dem an Flachproben ermittelten Lebensdauerverhalten geht aus der Auftragung der Anrisswechselzahl über der Temperatur in **Bild 5.39** eine erhebliche Lebensdauer- vermindering zwischen etwa 300 und 600 °C hervor. Diese ist wiederum auf die Wirkung dynamischer Reckalterungsprozesse in diesem mittleren Temperaturbereich zurückzuführen. Auf Basis der Lebensdauerpunkte bei 600 und 650 °C ergibt sich sogar ein lokales Minimum im Verlauf der Anrisswechselzahl bei konstanter Dehnschwingbreite in Bild 5.39. Im Vergleich zu dem an Flachproben ermittelten Verhalten (siehe Bild 5.31) lässt sich feststellen, dass dieses lokale Minimum – und somit der stärkste Reckalterungseinfluss – bei einer um etwa 50 °C höheren Temperatur liegt. Dieses Ergebnis lässt sich durch die Dehnratenabhängigkeit erklären, wenn man beachtet, dass die in Bild 5.39 dargestellten Ergebnisse der LCF-Versuche an Rohrproben bei einer um den Faktor 10 höheren Dehnrage generiert wurden. Nach der Theorie verschiebt sich der Bereich für das Auftreten dynamischer Reckalterung bei einer Erhöhung der Dehnrage zu höheren Temperaturen hin (Abschnitt 2.2.3.2).

5.5 Oxidationsverhalten

Die experimentelle Ermittlung der Kinetik des Oxidschichtwachstums für den Werkstoff 1.4509 erfolgte gravimetrisch mittels isothermen Oxidationsversuchen, wobei die Masseänderung von Proben aufgrund der Reaktion des Werkstoffs mit Sauerstoff verfolgt wird. Dabei wurde eine Wägung nach bestimmten Oxidationszeitintervallen vorgenommen. Bei ausgewählten Proben wurde die Oxidationskinetik zusätzlich durch eine direkte Messung der Oxidschichtdicke im Rahmen von metallographischen Schliffauswertungen verfolgt.

Die Ergebnisse der Oxidationsversuche bei allen untersuchten Temperaturen zeigt **Bild 5.40**. Für die gemeinsame Darstellung eignet sich die doppeltlogarithmische Auftragung. Die Gewichtszunahme durch Sauerstoffaufnahme aus der Atmosphäre ist ein Maß für das Oxidschichtwachstum. Dieser lässt sich mit einem parabolischen Gesetz der Form

$$\left(\frac{\Delta m}{A}\right)^2 = k_p \cdot t \quad (5.16)$$

gut beschreiben, wobei $\Delta m/A$ die Masseänderung pro Fläche, t die Oxidationszeit und k_p die massebezogene parabolische Oxidationskonstante darstellen. Bei 650, 700, 800 und 900 °C ließen sich massebezogene parabolische Oxidationskonstanten von jeweils $5,6 \cdot 10^{-6}$, $3,0 \cdot 10^{-5}$, $2,9 \cdot 10^{-4}$ und $4,2 \cdot 10^{-3} \text{ [mg/cm}^2\text{]}^2 \text{ h}^{-1}$ ermitteln.

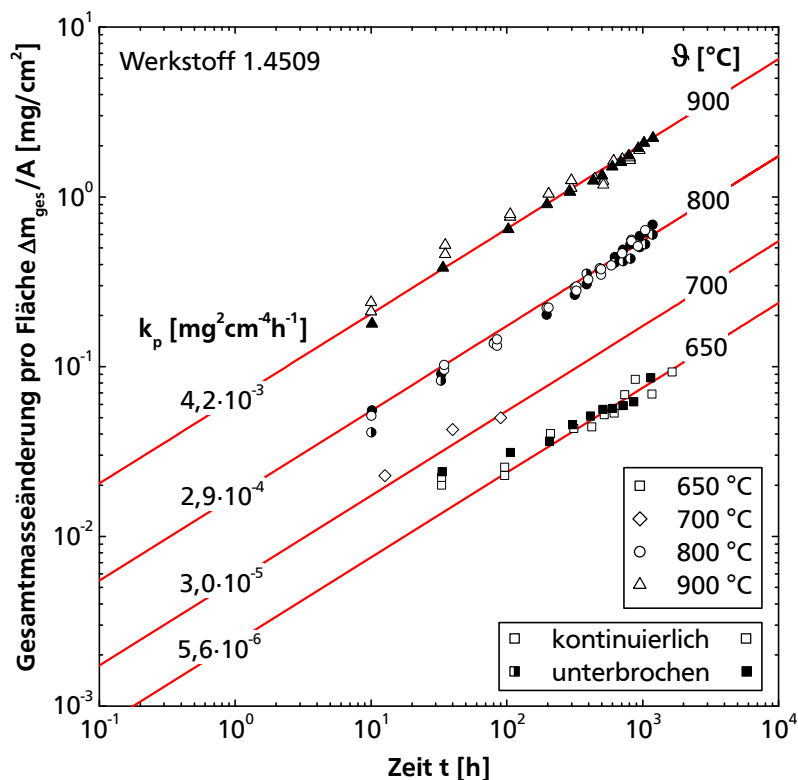


Bild 5.40: Gesamtmasseänderungskurven, ermittelt aus kontinuierlichen und unterbrochenen Oxidationsversuchen, logarithmische Darstellung

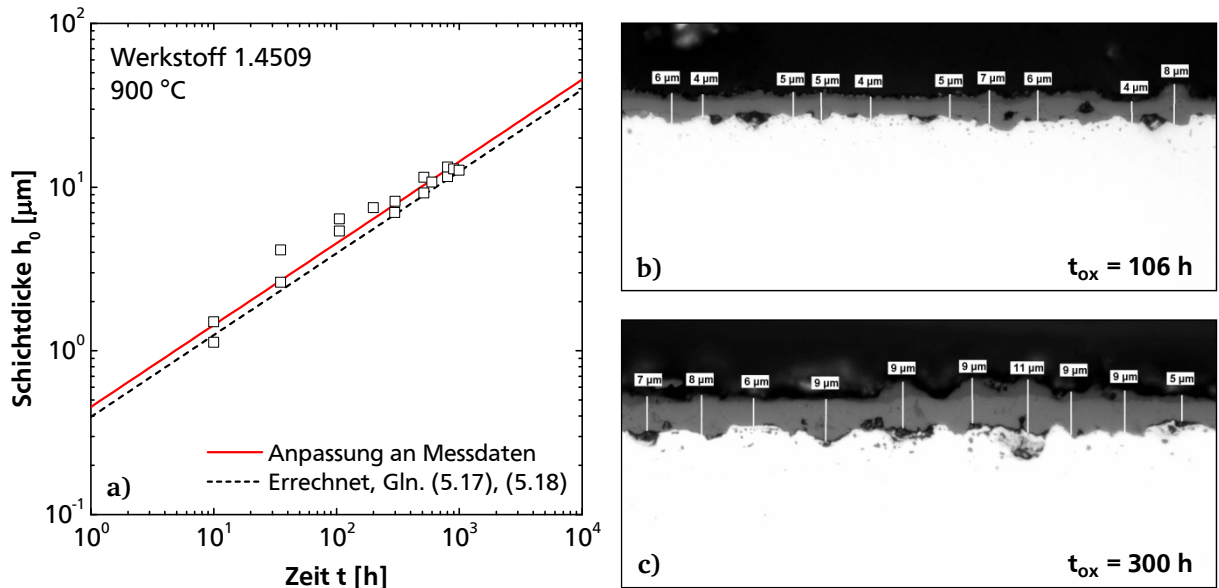


Bild 5.41: Parabolisches Oxidschichtwachstum, $\vartheta = 900\text{ °C}$. a) An Oxidationsproben gemessene Schichtdicken in Abhängigkeit der Oxidationszeit (Symbole), Korrelation zu den Messwerten (durchgezogene Linie), errechnetes Wachstum der Schichtdicke mit Hilfe der Gln. (5.17) und (5.18) (gestrichelte Linie). b) beispielhafte Messung der Schichtdicke an zwei Proben nach einer Oxidationszeit von 106 h und 300 h

Mittels Lichtmikroskopie erfolgte an den bei 900 °C oxidierten Proben aus kontinuierlichen Oxidationsversuchen eine direkte Messung der Oxidschichtdicke (Bild 5.41). Nach Neu und Sehitoglu [148] gilt für die Oxidschichtdicke h_0 :

$$h_0 = \sqrt{k'_p \cdot t}, \quad (5.17)$$

wobei k'_p die schichtdickenbezogene parabolische Oxidationskonstante ist. Anhand der durchgeführten Messungen der Oxidschichtdicke bei 900 °C lässt sich eine Oxidationskonstante von $5,783 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}^2/\text{s}$ experimentell bestimmen.

Die experimentell ermittelten Masse- k_p -Werten lassen sich in die entsprechenden schichtdickenbezogenen k'_p -Werten gemäß der Beziehung

$$k'_p = k_p \left(\frac{M_{\text{Ox}}}{\rho_{\text{Ox}} \cdot b \cdot M_{\text{O}}} \right)^2 \quad (5.18)$$

umrechnen [25]. Dabei ist M_{Ox} die relative Molekülmasse des Oxids ($M_{\text{Ox}} = 152\text{ g/mol}$), M_{O} die relative Atommasse des Sauerstoffs ($M_{\text{O}} = 16\text{ g/mol}$), b die Anzahl der Gramm-Atome Sauerstoff pro Mol $M_a O_b$ ($b = 3$) und ρ_{Ox} die Dichte des Oxids, welche für Chromoxid vom Typ Cr_2O_3 $5,2\text{ g/cm}^3$ beträgt.

Einen Vergleich zwischen dem gemessenen und dem mit Hilfe der Gln. (5.17) und (5.18) errechneten Schichtwachstum bei 900 °C zeigt Bild 5.41a. Die geringe Abweichung ist darauf zurückzuführen, dass die Umrechnung der temperaturabhängigen Oxidationskonstante ge-

mäß Gl. (5.18) der Annahme zugrunde liegt, dass die Deckschicht sich ausschließlich aus Chromoxid zusammensetzt. EDX-Messungen zeigen jedoch, dass die Schicht aus einer inneren Chromoxid-Schicht und einer äußeren Chrom-Mangan-Spinell-Schicht besteht.

Thermisch aktivierte Diffusionsvorgänge steuern das Schichtwachstum, so dass die parabolische Oxidationskonstante von der Temperatur nach einer Arrhenius-Funktion

$$k_p = k_{p0} \cdot \exp\left(-\frac{Q_{ox}}{R \cdot T}\right) \quad (5.19)$$

abhängt, wobei Q_{ox} die Aktivierungsenergie für Oxidation, R die allgemeine Gaskonstante und k_{p0} ein Vorfaktor ist. **Bild 5.42** zeigt die Temperaturabhängigkeit der massebezogenen parabolischen Oxidationskonstante für den Werkstoff 1.4509. Auf Basis dieser Arrhenius-Auftragung lässt sich aus

$$\lg k_{p0} = \lg k_p(T \rightarrow \infty) \quad (5.20)$$

ein Vorfaktor $k_{p0} = 8,26 \cdot 10^7 [\text{mg}/\text{cm}^2]^2 \text{h}^{-1}$ berechnen. Der entsprechende Vorfaktor D_0 in der Arrhenius-Beziehung für die schichtdickenbezogene Oxidationskonstante gemäß Gl. (2.40) folgt aus der Umrechnung von k_{p0} mit Hilfe von Gl. (5.18):

$$D_0 = k_{p0} \left(\frac{M_{ox}}{\rho_{ox} \cdot b \cdot M_o} \right)^2. \quad (5.21)$$

Somit lässt sich ein Vorfaktor D_0 von $8,51 \cdot 10^5 \mu\text{m}^2/\text{s}$ bestimmen.

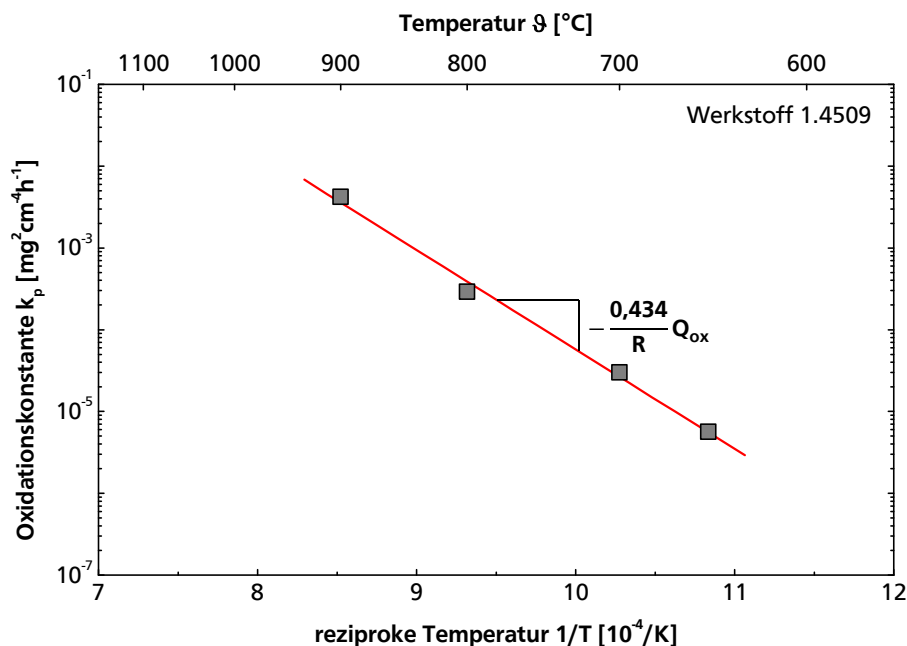


Bild 5.42: Temperaturabhängigkeit der massebezogenen parabolischen Oxidationskonstante

In Analogie zur Bestimmung der Aktivierungsenergie für Kriechen (siehe Gl. (5.9), Abschnitt 5.3), lässt sich aus der Steigung der Geraden in Bild 5.42 eine Aktivierungsenergie für Oxidation Q_{ox} von 233 kJ/mol ermitteln. Dieser Wert liegt im Bereich der in der Literatur angegebenen Werte für die chemische Volumendiffusion von Chrom in verschiedenen ferritischen nichtrostenden Stählen [196].

Die aus Oxidationsversuchen ermittelten Werte der Aktivierungsenergie Q_{ox} und des Vorfaktors D_0 stellen Materialkonstanten dar, die zur Modellierung des Hochtemperaturwerkstoffverhaltens unter Berücksichtigung von Oxidationseinflüssen unabdingbar sind und in dieser Arbeit in die Anwendung des Lebensdauermodells nach Neu und Sehitoglu (Abschnitt 6.2) direkt einfließen.

5.6 Bewertung des Schädigungsverhaltens unter LCF-Beanspruchung

Ausgehend von den experimentellen Ergebnissen zum isothermen niederzyklischen Ermüdungsverhalten, die im Abschnitt 5.4 beschrieben wurden, soll im Folgenden auf die Befunde zum Anrissverhalten eingegangen und die relevanten Schädigungsmechanismen temperaturabhängig charakterisiert werden.

Eine Übersicht der typischen Schadensbilder der isothermen LCF-Versuche an Flachproben zeigen die makroskopischen Aufnahmen in **Bild 5.43** und **Bild 5.44**. Bei Raumtemperatur zeigt sich im Bereich der plastisch wechselbeanspruchten Prüfzone eine „geriffelte“ bzw. wellige Oberfläche. Dieses Erscheinungsbild ist typisch für krz-Metalle bei niedrigen Temperaturen und beruht einerseits darauf, dass sich Versetzungen im krz-Gitter auf verschiedenen Gleitebenen bewegen können. Andererseits begünstigt die hohe Stapelfehlerenergie des krz-Gitters das Quergleiten von Schraubenversetzungen. Beide Faktoren führen zum sogenannten *pencil glide* und gehen mit der Bildung von welligen Oberflächenmustern bei plastischer Verformung einher [48, 189].

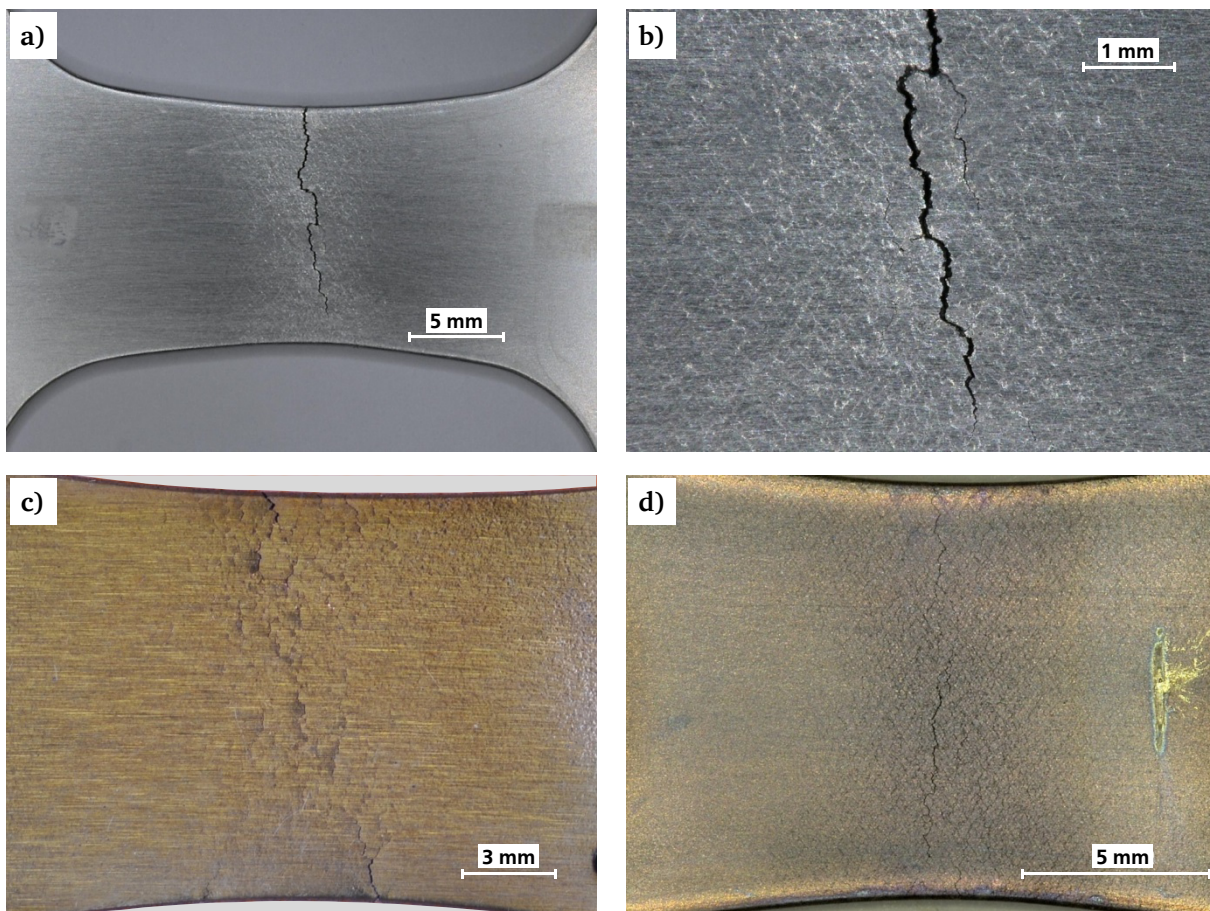


Bild 5.43: Makroskopische Aufnahmen von Anrissen an der Oberfläche von LCF-Flachproben. a) und b) Probe fERRTd14, Raumtemperatur, $\Delta\epsilon = 0,9\%$, $N_i = 3774$; c) Probe fER3d1, $\vartheta = 300\text{ °C}$, $\Delta\epsilon = 0,8\%$, $N_i = 4147$; d) Probe fES4d1, $\vartheta = 400\text{ °C}$, $\Delta\epsilon = 0,8\%$, $N_i = 1721$. Belastung in Richtung der Horizontalen

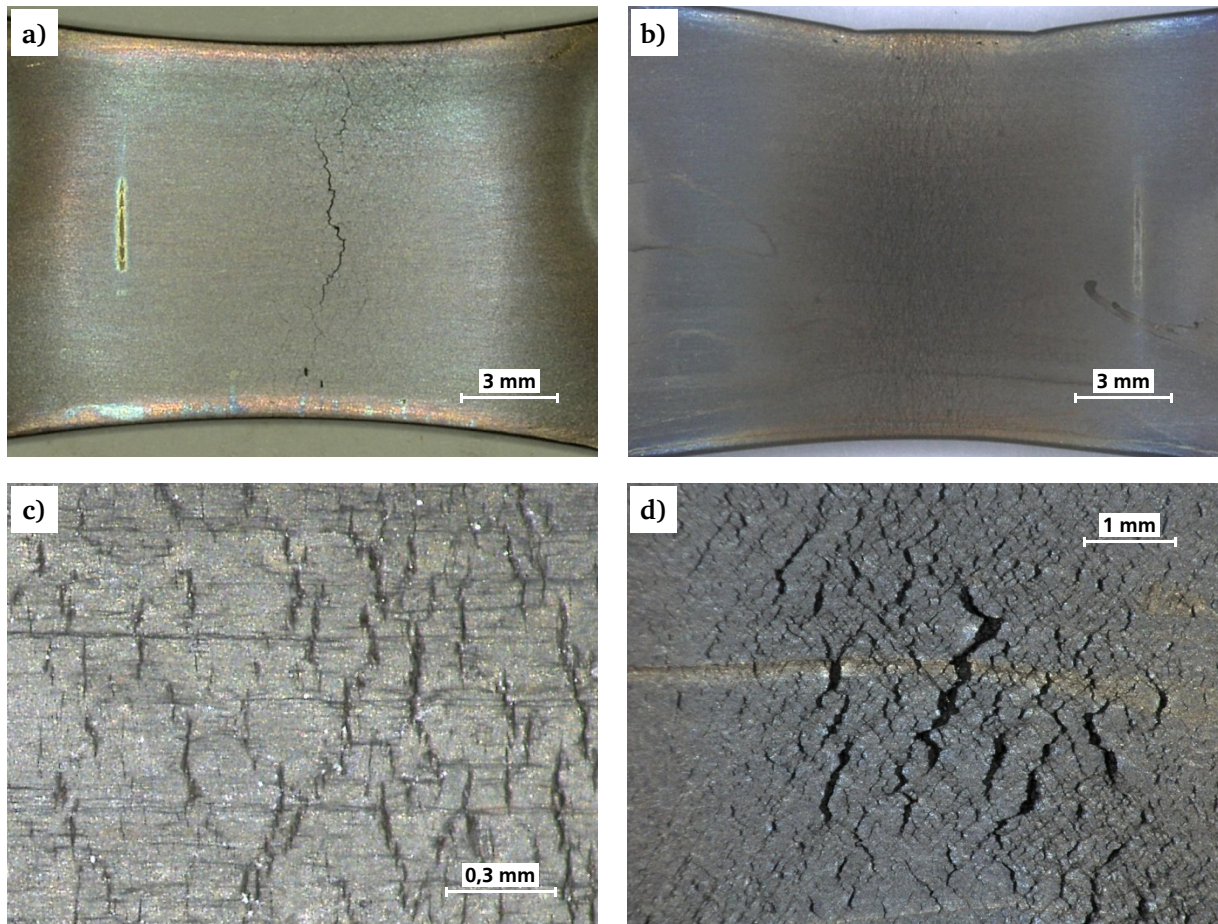


Bild 5.44: Makroskopische Aufnahmen von Anrissen an der Oberfläche von LCF-Flachproben. a) Probe fES5d1, $\vartheta = 500\text{ °C}$, $\Delta\varepsilon = 0,8\text{ ‰}$, $N_i = 1396$; b) Probe fES7d1, $\vartheta = 700\text{ °C}$, $\Delta\varepsilon = 0,8\text{ ‰}$, $N_i = 841$; c) Probe fER65d3, $\vartheta = 650\text{ °C}$, $\Delta\varepsilon = 0,79\text{ ‰}$, $N_i = 1168$; d) Probe fES65d9, $\vartheta = 650\text{ °C}$, $\Delta\varepsilon = 0,5\text{ ‰}$, $N_i = 3466$. Belastung in Richtung der Horizontalen

Die Anrisse treten bei allen Temperaturen regellos über dem Messbereich verteilt auf. Bei Raumtemperatur ist grundsätzlich ein einzelner Hauptriss zu erkennen. Im mittleren Temperaturbereich (300 bis 500 °C) lassen sich – zusätzlich zum Hauptriss – mehrere Mikrorisse optisch identifizieren. Mit Zunahme der Temperatur ($\vartheta \geq 650\text{ °C}$) nimmt die Anzahl der Mikrorisse zu, wobei diese auch homogen über die Prüfzone verteilt sind.

Um Angaben bezüglich der temperaturabhängig wirkenden Schädigungsmechanismen zu erhalten, die zur Rissinitiation, Risswachstum und letztendlich zum Versagen führen, wurden Schliffe einzelner Flachproben der LCF-Versuche im Lichtmikroskop untersucht. Dabei zeigen Proben aus Versuchen bei Raumtemperatur, 300, 400 und 500 °C Anrisse an der Blechoberfläche und ausschließlich transkristallines Risswachstum, beides typisch für Ermüdungsschädigung (**Bild 5.45**). An Proben aus LCF-Versuchen im mittleren Temperaturbereich (300 bis 500 °C) lassen sich lichtmikroskopisch Scharen von parallelen Linien innerhalb einzelner Körner erkennen, die in etwa 45° zur Belastungsrichtung orientiert sind, d.h. in Richtung der größten Schubspannung. Die Neigung weicht jedoch in den unterschiedlich orientierten Kris-

talliten leicht ab. Diese linienhaften Erscheinungen sind bei 400 °C besonders ausgeprägt, was den Gefügeaufnahmen in **Bild 5.46** zu entnehmen ist. In manchen Stellen verlaufen die Linien entlang der zwei 45°-Orientierungen und bilden ein Netzwerk innerhalb der entsprechenden Körner (Bild 5.46b). Die linienhaften Erscheinungen, die als Gleitbänder identifiziert werden konnten, geben einen Hinweis darauf, dass die Verformung bei dieser Temperatur nicht gleichmäßig, sondern lokal entlang von bevorzugten Gleitebenen stattfindet. Diese Gleitbänder sind in geringerem Ausmaß auch bei 300 und 500 °C zu beobachten. Wie in Abschnitt 5.4.1.2 beschrieben wurde, ist das planare Gleiten – und die damit einhergehenden Bildung von Gleitbändern – im Temperaturbereich des Auftretens dynamischer Reckalterung begünstigt. Der Wechsel vom welligen zum planaren Gleiten ist auf die Behinderung von Quergleit- und Kletterprozessen zurückzuführen, wodurch die Bildung von energetisch günstigen Versetzungszell- und Subkornstrukturen verzögert wird. Eine Lokalisierung der plastischen Verformung in Gleitbändern kann das Anrissverhalten beeinflussen, insofern dadurch eine spröde transkristalline Rissausbreitung begünstigt werden kann.

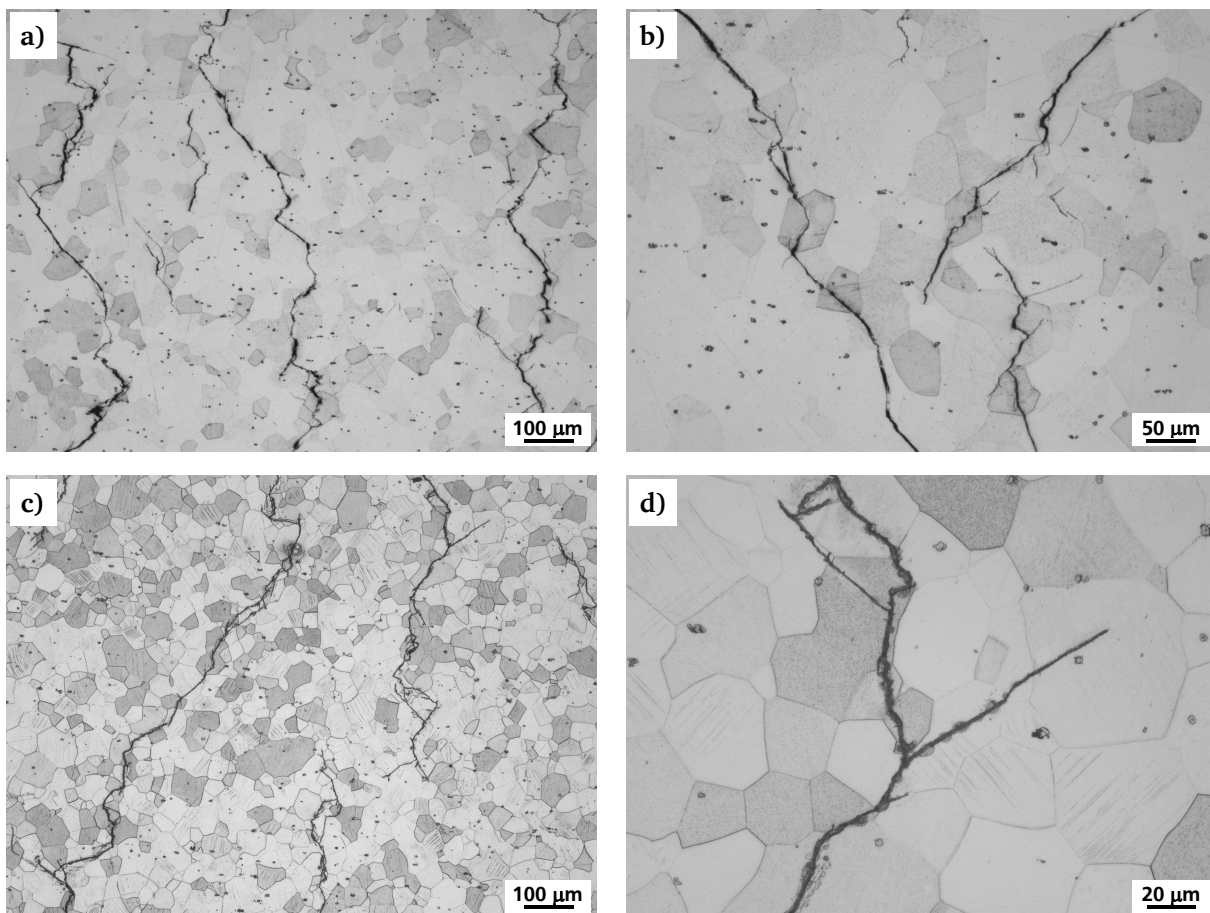


Bild 5.45: Flachschnitte an LCF-Proben. a) und b) Probe fER3d1, $\vartheta = 300\text{ °C}$, $\Delta\epsilon = 0,8\%$, $N_i = 4147$; c) und d) Probe fES4d3, $\vartheta = 400\text{ °C}$, $\Delta\epsilon = 0,7\%$, $N_i = 3193$. Belastung in Richtung der Horizontalen

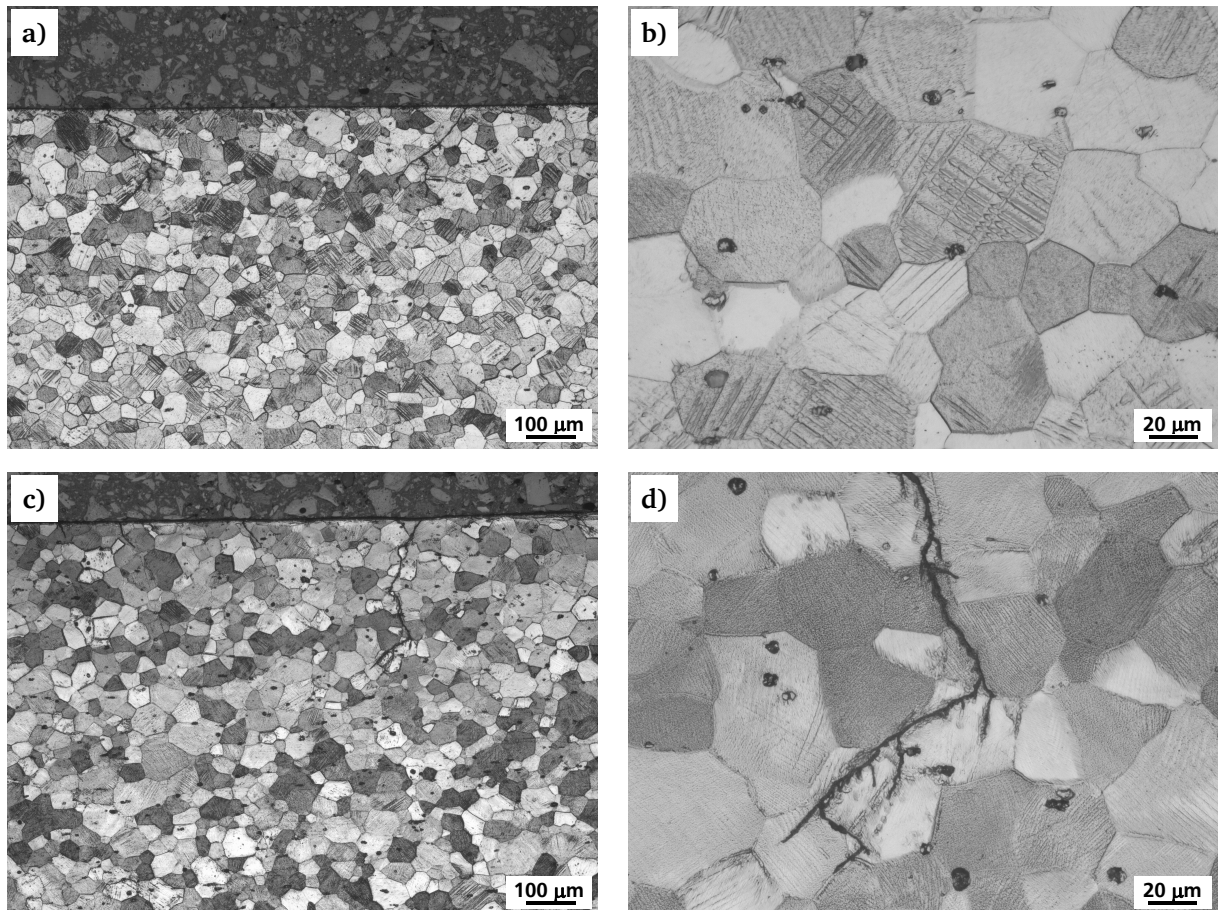


Bild 5.46: Längsschliffe an LCF-Proben. a) und b) Probe fES4d3, $\vartheta = 400\text{ °C}$, $\Delta\epsilon = 0,7\%$, $N_i = 3193$. c) und d) Probe fES5d2, $\vartheta = 500\text{ °C}$, $\Delta\epsilon = 0,7\%$, $N_i = 1888$. Belastung in Richtung der Horizontalen

Im oberen Temperaturbereich ($\vartheta \geq 650\text{ °C}$) zeigt sich ebenfalls eine Rissinitiierung an der Probenoberfläche. Die Anrisse bilden sich jedoch als breitere Trennungen im Gefüge mit vorwiegend abgestumpften Risspitzen aus. Das Risswachstum erfolgt im oberen Temperaturbereich auch vorwiegend transkristallin, bei 800 °C sind aber auch teilweise interkristalline Rissverläufe zu beobachten (Bild 5.47).

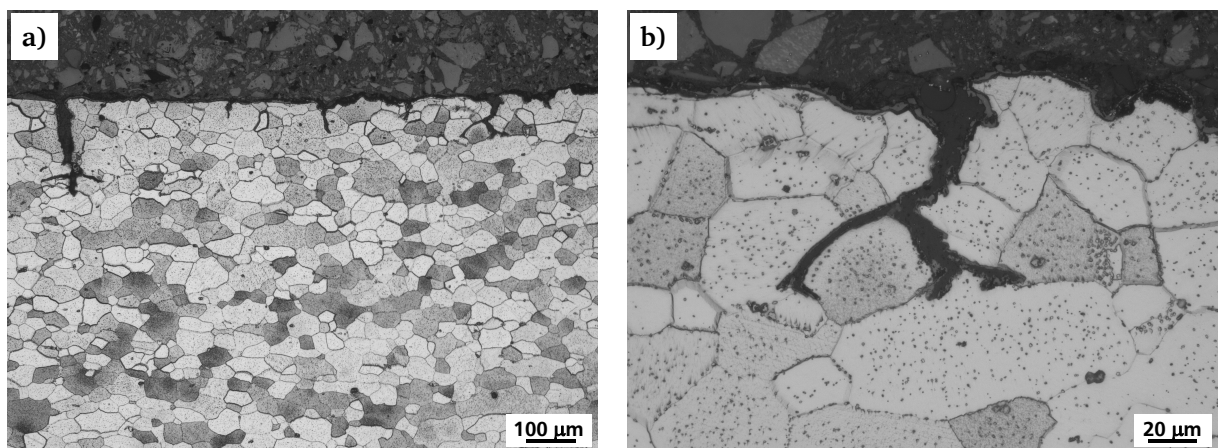


Bild 5.47: Längsschliff der Probe fER8d1, $\vartheta = 800\text{ °C}$, $\Delta\epsilon = 0,8\%$, $N_i = 513$. Belastung in Richtung der Horizontalen

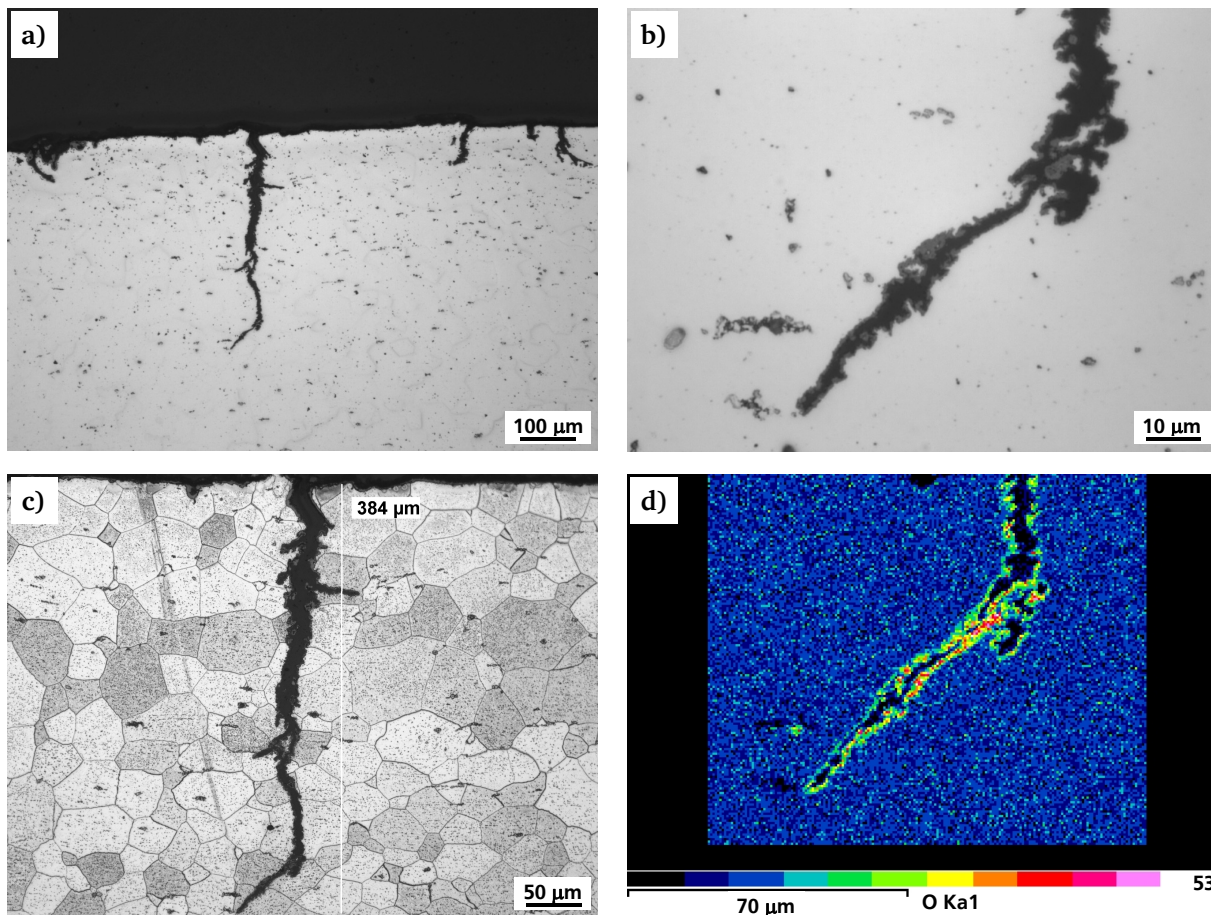


Bild 5.48: Probe fER65d4, $\vartheta = 650\text{ °C}$, $\Delta\varepsilon = 1,0\%$, $N_i = 767$, Längsschliff. a) Übersichtsaufnahme (ungeätzt). b) Detailaufnahme im Bereich der Risspitze. c) Vermessung der Risslänge. d) EDX-Flächenscan im Bereich der Risspitze, Elementverteilungsbild von Sauerstoff. Belastung in Richtung der Horizontalen

Im oberen Temperaturbereich ließ sich ein Einfluss der Oxidation auf das Anrissverhalten lichtmikroskopisch und mit Hilfe von EDX-Analysen identifizieren (**Bild 5.48**). Es sind mit Oxid gefüllte Intrusionen und oxidierte Rissflanken zu beobachten. Generell lassen sich in diesen Bereichen größere Schichtdicken als auf der Probenoberfläche messen, was den Schluss zulässt, dass Risskeimbildung und -wachstum durch lokal höhere Oxidationsraten gefördert werden. Risse, an deren Spitzen Oxidreste zu erkennen waren, wurden lichtmikroskopisch vermessen. Dies ist am Beispiel der Probe fER65d4 in Bild 5.48c dargestellt. Es ließ sich eine maximale Länge von oxidierten Rissen von etwa 400 μm ermitteln.

Zusammenfassend lässt sich auf Basis der in diesem Abschnitt gezeigten Ergebnisse aus metallographischen Untersuchungen zum Schädigungsverhalten unter niederzyklischer Ermüdungsbeanspruchung feststellen, dass im Temperaturbereich dynamischer Reckalterung Verformung und Rissinitiierung sich an Gleitbändern orientieren, die Risse verlaufen eher transkristallin. Bei hohen Temperaturen über 650 °C ist durch Oxidation unterstütztes Risswachstum zu beobachten. Interkristalline Rissverläufe, welche typisch für Kriechschädigung sind, konnten in geringem Maße nur bei der höchsten Temperatur von 800 °C identifiziert werden.

6 Modellierung

Werkstoffmodelle bieten die Möglichkeit, das temperatur- und verformungsgeschwindigkeitsabhängige Verhalten von realen Legierungen, wie es sich insbesondere bei der Hochtemperaturanwendung herausstellt, mit Hilfe mathematischer Beziehungen zu beschreiben. Auf Basis eines vertieften Verständnisses des Materialverhaltens unter Betriebsbedingungen können viskoplastische Materialmodelle und Schädigungsgesetze (weiter-)entwickelt werden, die eine verbesserte Simulation der inelastischen Materialeigenschaften und eine realistische Abschätzung der Lebensdauer von Bauteilen ermöglichen.

Der ferritische Blechwerkstoff 1.4509 zeigt im anwendungsrelevanten Temperatur-, Spannungs- und Verformungsgeschwindigkeitsbereich ein komplexes Verformungs- und Schädigungsverhalten, welches sich durch die Überlagerung und Wechselwirkung verschiedener thermisch aktivierter Mechanismen auszeichnet. Diese konnten auf Basis der experimentellen Untersuchungen (Abschnitt 5) und unter Einbeziehung von theoretischen Grundlagen zum Verhalten ferritischer nichtrostender Werkstoffe (Abschnitt 2) identifiziert werden. Eine Übersicht stellt **Bild 6.1** zusammen. Im Hinblick auf den Modellierungsansatz wird die bei der konstitutiven Materialmodellierung übliche Unterscheidung zwischen Verformungs- und Schädigungsmechanismen vorgenommen. Ferner sind in Bild 6.1 Temperaturbereiche für das Auftreten eines bestimmten Mechanismus angegeben. Dabei ist anzumerken, dass die Bereichsgrenzen keine klare Trennung „Effekt findet statt oder findet nicht statt“ markieren, sondern ungefähre Temperaturen darstellen, in denen sich die Vorgänge der Mikrostruktur bei technisch relevanten Zeiten abspielen.

Bei Temperaturen unterhalb $0,2 T_S$ (etwa 100 °C für den Werkstoff 1.4509) ist die Fließgrenze stark temperatur- und dehnratenabhängig. Dieses Verhalten ist typisch für krz-Metalle und beruht auf den Einfluss des Gitterwiderstands (Peierls-Spannung, Abschnitt 2.2.1). Im Temperaturbereich zwischen etwa 200 bis 600 °C wird das Verformungsverhalten maßgeblich von dem Phänomen der Reckalterung (Abschnitt 2.2.3) beeinflusst, was sich u.a. in einem instabilen plastischen Fließen, einer Erhöhung der Fließgrenze und der Verfestigungsrate und einer negativen Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung sowohl bei monotoner als auch wechselnder mechanischer Beanspruchung widerspiegelt. Im Temperaturbereich von 350 bis 550 °C findet durch spinodale Entmischung die zeitabhängige Ausscheidung der Chromreichen α'_{Cr} -Phase statt, welche die Ursache der sogenannten 475 °C -Versprödung darstellt. Dieser Alterungsprozess führt – ähnlich wie die Reckalterung – zu einer zeitabhängigen Erhöhung der Fließgrenze und zu einem Duktilitätsverlust. Bei höheren Temperaturen zwischen etwa 600 und 900 °C führt die zeit- und temperaturabhängige Ausscheidung der Niob-

haltigen Laves-Phase zunächst zu einer Festigkeitssteigerung aufgrund von Teilchenhärtung. Im weiteren Verlauf der Beanspruchung kann es anschließend durch statische und dynamische Vergrößerung der Laves-Phase in Kombination mit einer Niob-Verarmung in der Matrix und dem damit verbundenen Verlust an Mischkristallhärtung zu einer deutlichen Entfestigung kommen. Weiterhin findet beim Überschreiten der Curie-Temperatur (671 °C) eine magnetische Umwandlung statt, wodurch einerseits die elastischen Eigenschaften beeinflusst werden, und andererseits sich der Diffusionskoeffizient der ferritischen Matrix scharf ändert. Oberhalb 600 °C ist auch der Einfluss von Kriechprozessen auf das Verformungsverhalten zu berücksichtigen. Die Zeitabhängigkeit des Verformungsverhaltens im oberen Anwendungstemperaturbereich äußert sich in einer ausgeprägten (positiven) Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung sowie der Dehnungsverfestigung.

Der Werkstoff 1.4509 zeigt auch ein vom Kaltverfestigungsgrad abhängiges Verformungsverhalten unter isothermer niederzyklischer Ermüdungsbeanspruchung. Dabei ist der temperatur- und zeitabhängige Abbau der Kaltverfestigung infolge statischer und/oder dynamischer Erholung von Interesse. Bei niederen Temperaturen (bis ca. 300 °C) konvergiert die Werkstoffantwort für Flachproben (ohne Kaltverfestigung, Abschnitt 5.4.1) und Rohrproben (mit

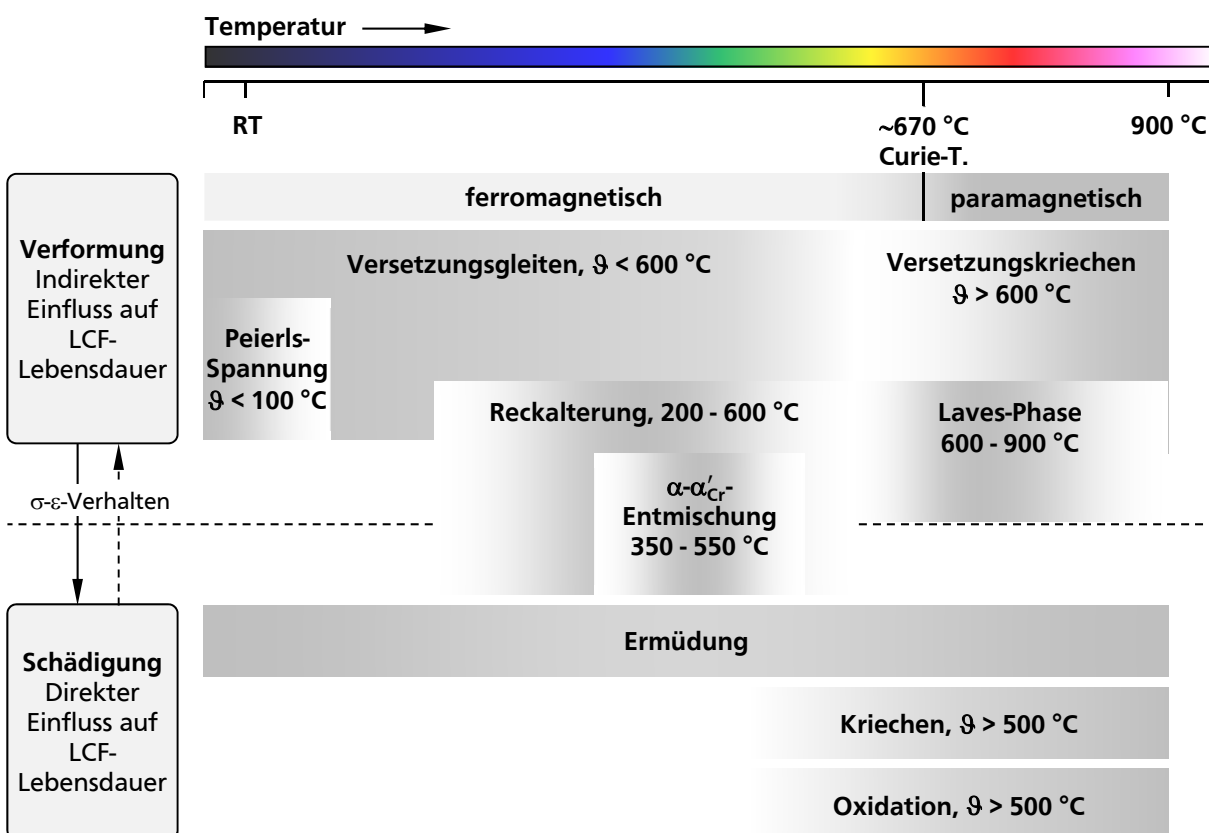


Bild 6.1: Identifizierte Mechanismen bzw. Phänomene zur Modellierung des Verformungs- und Schädigungsverhaltens für den Werkstoff 1.4509 im anwendungsrelevanten Temperatur- und Zeitbereich

Kaltverfestigung, Abschnitt 5.4.2) durch zyklische Ver- bzw. Entfestigung auf ein gemeinsames Niveau. Andererseits zeigt sich im Temperaturbereich von 400 bis 500 °C unabhängig vom Ausgangszustand eine kontinuierliche Verfestigung, die – wie oben erwähnt – auf dynamische Reckalterung zurückzuführen ist. Ein Abbau der Kaltverfestigung findet in diesem Temperaturbereich nicht statt. Bei 600 °C zeigen die Versuche an Rohrproben nach einer anfänglichen kurzen zyklischen Verfestigung eine Entfestigung. Bei 650 °C zeigen die Flachproben zu Anfang eine zyklische Verfestigung, im Anschluss eine zyklische Entfestigung, die Rohrproben dagegen eine kontinuierliche Entfestigung. Erwartungsgemäß nimmt ab 650 °C der Anteil an statischer Erholung mit steigender Temperatur zu, was sich in einem zunehmend zeitabhängigen Abbau der Kaltverfestigung äußert.

Als relevante Schädigungsmechanismen wurden – neben der reinen Ermüdungsschädigung, welche im gesamten Anwendungstemperaturbereich wirksam ist – bei Temperaturen oberhalb 500 °C auch Kriech- und Oxidationsschädigung identifiziert. Bei Temperaturen zwischen etwa 300 und 600 °C zeigt sich eine deutliche Absenkung der experimentell ermittelten Anrisslebensdauer, welche mit dem Reckalterungseinfluss in diesem Temperaturbereich in Verbindung gebracht werden konnte.

6.1 Modellierung des Verformungsverhaltens

Die Bewertung der Lebensdauer unter thermo-mechanischer Ermüdungsbeanspruchung setzt die korrekte Beschreibung des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens in einem weiten Temperaturbereich voraus. In diesem Zusammenhang werden Verformungsmodelle eingesetzt, die es ermöglichen, die Spannungen und inelastischen Dehnraten als Funktion von der angelegten Dehnung, Temperatur und Gesamtdehnrate sowie von der Beanspruchungsgeschichte vorzuberechnen. Die in den folgenden Abschnitten beschriebenen Ansätze zur Modellierung des Verformungsverhaltens für den Werkstoff 1.4509 basieren auf das konstitutive Materialmodell nach Slavik und Sehitoglu, welches im Abschnitt 2.3.1 vorgestellt wurde. Systematische, nicht iterative Methoden zur Bestimmung der Modellparameter auf Basis von isothermen einachsialen Warmzug-, Kriech- und LCF-Versuchen werden ebenfalls beschrieben. Die Modellgleichungen, die im Abschnitt 2.3.1 in ihrer dreidimensionalen Form und in Indexschreibweise aufgeführt sind, werden im Folgenden in ihrer Formulierung für den Spezialfall einachsiger Beanspruchung behandelt. Dabei gilt: wenn die angelegte Spannung im einachsigen Versuch mit σ und die inelastische Dehnrate mit $\dot{\epsilon}^{\text{in}}$ bezeichnet werden, dann ergeben sich die Komponenten des deviatorischen Spannungstensors zu $S_{11} = 2\sigma/3$, $S_{22} = S_{33} = -\sigma/3$, die Komponenten des deviatorischen Rückspannungstensors zu $S_{11}^{\text{C}} = 2\alpha/3$, $S_{22}^{\text{C}} = S_{33}^{\text{C}} = -\alpha/3$ und die Komponenten des inelastischen Dehnratentensors zu $\dot{\epsilon}_{11}^{\text{in}} = \dot{\epsilon}^{\text{in}}$ und $\dot{\epsilon}_{22}^{\text{in}} = \dot{\epsilon}_{33}^{\text{in}} = -\dot{\epsilon}^{\text{in}}/2$.

6.1.1 Inelastische Fließregel

Im Rahmen der vereinheitlichten konstitutiven Werkstoffmodellierung (Abschnitt 2.3.1) beschreibt die inelastische Fließregel (engl. *flow rule*) die Abhängigkeit der inelastischen Dehnrates von dem inneren Spannungszustand und der Temperatur. Die funktionale Form der kinetischen Gleichung wird so gewählt, dass relevante Mechanismen der inelastischen Deformation wiedergegeben und somit unterschiedliche Verformungsgeschwindigkeitsregime möglichst realitätsnah abgebildet werden.

Es besteht die Möglichkeit, die inelastische Fließregel direkt auf Basis experimenteller Daten, die einen weiten Bereich der Temperatur, Spannung und Dehnrates abdecken, zu ermitteln. Dabei werden nach [140] folgende Annahmen getroffen:

- Alle verwendeten Versuchsproben sind identisch und besitzen somit vor dem Aufbringen der mechanischen Last denselben inneren Anfangszustand, welcher bereits bekannt ist oder entweder direkt oder indirekt im Experiment gemessen werden kann.
- Die Werkstoffeigenschaften im Anfangszustand sind isotrop. Somit ist der Anfangswert der Rückspannung gleich Null.
- Der Anfangszustand entwickelt sich zu einem neuen inneren Zustand erst nach Überschreiten einer signifikanten inelastischen Dehnung.

Zur experimentellen Ermittlung der inelastischen Fließregel wurden die isothermen einachsialen Warmzug-, Kriech- und LCF-Versuche bei verschiedenen Temperaturen und Dehnrates bzw. Spannungen herangezogen, die in dieser Arbeit zur Untersuchung der quasistatischen Kurzzeiteigenschaften (Abschnitt 5.2), des Kurzzeitkriechverhaltens (Abschnitt 5.3) sowie des Verhaltens unter LCF-Beanspruchung (Abschnitt 5.4) durchgeführt wurden.

Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls

Um die Fließregel auf Basis experimenteller Daten zu bestimmen, muss zunächst eine geeignete mathematische Beschreibung des Elastizitätsmoduls als Funktion der Temperatur ermittelt werden. Hierzu wurden die experimentell gemessenen E-Moduln aus Warmzugversuchen und aus der Erstbelastungskurve von isothermen LCF-Versuchen sowie Literaturdaten ausgewertet (**Bild 6.2**). Für viele metallische Werkstoffe, insbesondere Werkstoffe mit kubischflächenzentriertem Gitter, ist in der Regel eine angemessene Beschreibung vom absoluten Nullpunkt bis zur Schmelztemperatur mit Hilfe einer Geradengleichung möglich. Dies trifft für den Werkstoff 1.4509 nicht zu. Trotz der relativ hohen Streuung der E-Modul-Werte in **Bild 6.2** ist ersichtlich, dass eine nicht-lineare Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls existiert. Die Nicht-Linearität ließ sich zwar durch Anpassung eines Polynoms 2. oder 3. Grades

an die Messdaten gut beschreiben, die Extrapolation zu Temperaturen oberhalb der experimentell untersuchten Maximaltemperatur lieferte jedoch negative Werte des E-Moduls unterhalb des Schmelzpunktes, was nicht zulässig ist. Wie im Abschnitt 2.2.2 am Beispiel des α -Eisens gezeigt, ist die nicht-lineare Änderung mit der Temperatur auf die magnetische Umwandlung bei 671 °C (Curie-Temperatur) zurückzuführen. Auf dieser Basis wurden für die Modellierung zwei Temperaturbereiche unterschieden. Im ferromagnetischen Bereich ($\vartheta < 671$ °C) konvergiert der Elastizitätsmodul mit abfallender Temperatur gegen einer Gerade mit der Steigung E_1^{ferro} . Im paramagnetischen Bereich ($\vartheta > 671$ °C) wurde unter Annahme eines linearen Abfalls des Elastizitätsmoduls mit steigender Temperatur der Verlauf ausschließlich durch eine Gerade mit der Steigung E_1^{para} beschrieben. Die Beschreibung des nicht-linearen Verhaltens im ferromagnetischen Bereich und des Übergangs zum paramagnetischen Bereich erfolgten durch Multiplikation einer Geradengleichung mit einer Sigmoid-Funktion. Somit ließ sich folgende allgemeine Beziehung zur Beschreibung der Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls für den Werkstoff 1.4509 anwenden:

$$E = E_0 \cdot \left(1 + E_1 \frac{T}{T_s} \right) \cdot \left[1 - \left(E_2 + \frac{E_3}{1 + \exp\left(\frac{T - T_0^*}{\Delta T^*}\right)} \right) \right] \quad (6.1)$$

Dabei ist E_0 der theoretische Wert des E-Moduls beim absoluten Nullpunkt und E_1 die Steigung der Abfallgerade, die – wie zuvor beschrieben – je nach Temperaturbereich einen unterschiedlichen Wert annimmt. Die Größe T_0^* stellt die Temperatur des Wendepunktes der Sigmoid-Funktion dar und ΔT^* ist proportional zu der Steigung der Kurve an diesem Punkt. Die Parameter E_2 und E_3 wurden im paramagnetischen Bereich zu Null gesetzt, wodurch sich Gl. (6.1) auf eine Geradengleichung reduziert. Die an die Messdaten angepassten Parameter für jeden der zwei Temperaturbereiche sind in **Tabelle 6.1** aufgelistet.

Tabelle 6.1: Parameter zur Beschreibung der nicht-linearen Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls nach Gl. (6.1)

Modellparameter	ferromagnetisch, $\vartheta < 671$ °C	paramagnetisch, $\vartheta \geq 671$ °C
E_0	$2,146 \cdot 10^5$ MPa	$2,455 \cdot 10^5$ MPa
E_1	$-4,69 \cdot 10^{-1}$	$-1,05 \cdot 10^0$
E_2	$8,50 \cdot 10^{-4}$	0
E_3	$2,74 \cdot 10^{-1}$	0
T_0^*	834 K	—
ΔT^*	-65 K	—

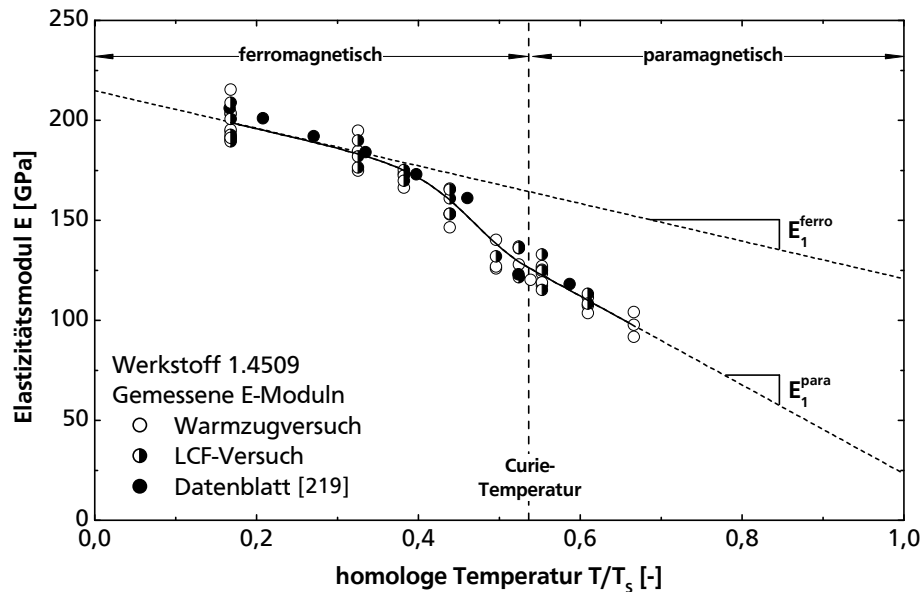


Bild 6.2: Zur Beschreibung der Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls

Anfangswert der Schleppspannung

Eine geeignete Beschreibung für die Temperaturabhängigkeit der isotropen Verfestigungsvariable im Anfangszustand K_0 (im Folgenden auch Schleppspannung genannt, engl. *drag stress*), wurde direkt aus der temperatur- und dehnratenabhängigen Fließgrenze gewonnen. Die Werte der Fließgrenze σ_y und der zugehörigen inelastischen Dehnraten wurden bei einer inelastischen Dehnung von 0,01 % bestimmt. Die Vorgehensweise zur Ermittlung der Fließgrenze ist am Beispiel von Fließkurven aus Warmzugversuchen bei einer Gesamtdehnraten von 0,5 %/min in **Bild 6.3** gezeigt. Dargestellt sind der Verlauf der wahren inelastischen Dehnung über der wahren Spannung und der Verlauf der wahren inelastischen Dehnung über der Zeit. Die wahre inelastische Dehnraten wurde durch lineare Regression über maximal ± 15 (ϵ^{in} ; t)-Messwertpaare errechnet. Die Anzahl der verwendeten Messwertpaare variierte je nach im Experiment gefahrenen Gesamtdehnraten aufgrund der unterschiedlichen Frequenz der Messwerterfassung und ergab sich aus der Bedingung, dass eine inelastische Dehnung von $\pm 0,005$ % im Regressionsintervall nicht überschritten werden sollte (**Bild 6.3 rechts**).

Ferner ließ sich die anfängliche Dehnratenabhängigkeit der Fließgrenze aus Kriechversuchen ermitteln. Hierbei ist anzumerken, dass ausschließlich Versuche mit niedrigen Kriechspannungen im elastischen Bereich heranzuziehen sind. Somit wird sichergestellt, dass es keine signifikanten inelastischen (zeitunabhängigen) Dehnungen bereits beim Belasten der Proben auftreten, die das Ergebnis aufgrund einer nicht vernachlässigbaren Verfestigung verfälschen würden, und es kann angenommen werden, dass die Fließgrenze der Anfangsspannung des Kriechversuchs entspricht ($\sigma_y \approx \sigma_0$). In Analogie zu der bei Warmzugversuchen verwendeten Methode wurde die inelastische (Kriech-)Dehnraten bei einer inelastischen (Kriech-)Dehnung

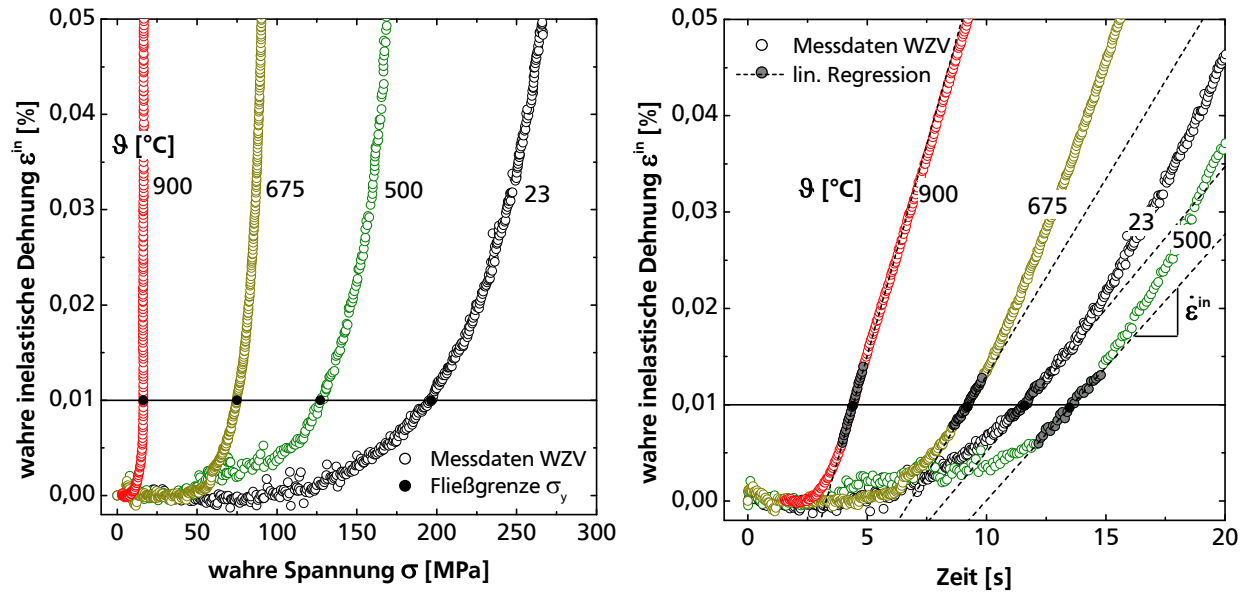


Bild 6.3: Ermittlung der inelastischen Dehnrates und der zugehörigen Fließgrenze bei der definierten inelastischen Dehnung von 10^{-4} (0,01 %) am Beispiel von Fließkurven aus Warmzugversuchen, konstante Gesamtdehnrates von 0,5 %/min. Links: Verlauf der wahren inelastischen Dehnung über der wahren Spannung. Rechts: Verlauf der wahren inelastischen Dehnung über der Zeit

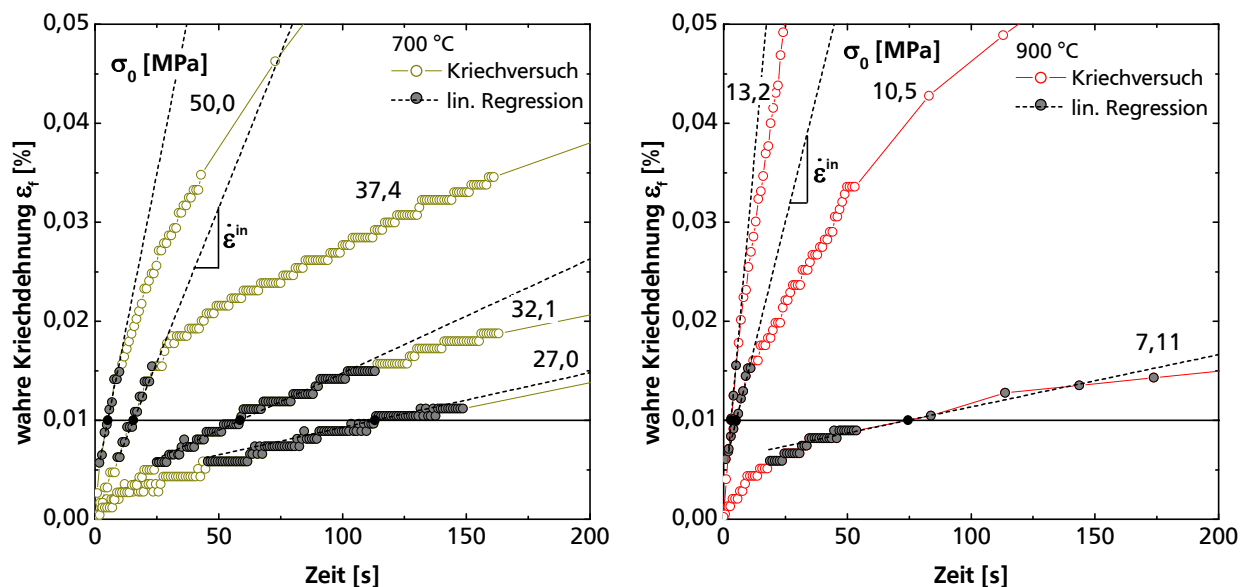


Bild 6.4: Ermittlung der anfänglichen inelastischen Dehnrates bei der definierten inelastischen Dehnung (Kriechdehnung) von 10^{-4} (0,01 %) am Beispiel von Zeitdehnkurven aus Kriechversuchen bei 700 °C (links) und 900 °C (rechts)

von 0,01 % und mittels linearer Regression in einem Intervall von maximal $\pm 0,005$ % ermittelt. Diese Vorgehensweise zeigt Bild 6.4 am Beispiel von Kriechkurven bei 700 und 900 °C.

Es gilt die Annahme, dass das kleine inelastische Offset von 0,01 % für die Bestimmung der Fließgrenze nur zu einer vernachlässigbaren Änderung der Rückspannung führt. Somit gilt für diesen Zustand $S_{ij}^C \approx 0$ und die Fließregel gemäß Gln. (2.27) und (2.30) lässt sich zu

$$\dot{\varepsilon}^{\text{in}} = \begin{cases} A_c \left(\frac{\sigma_y}{K_0} \right)^{n_1} & \left(\frac{\bar{\sigma}}{K} \right) < 1 \\ A_c \exp \left[\left(\frac{\sigma_y}{K_0} \right)^{n_2} - 1 \right] & \left(\frac{\bar{\sigma}}{K} \right) \geq 1 \end{cases} \quad (6.2)$$

vereinfachen. Analog lässt sich eine alternative Form der inelastischen Fließregel basierend auf einer Sinus-Hyperbolicus-Funktion bei vernachlässigbarer Rückspannung vereinfachend schreiben als

$$\dot{\varepsilon}^{\text{in}} = A_c \left\{ \sinh \left[\left(\frac{\sigma_y}{K_0} \right)^{n'_1} \right] \right\}^{n'_2}. \quad (6.3)$$

Der Anfangswert der Schleppspannung K_0 , der die Festigkeit des Werkstoffs im nicht verformten (Ausgangs-)Zustand abbildet, ist eine Funktion der Temperatur und wurde in Anlehnung an [135, 197, 140, 133] aus der Annahme

$$\frac{K_0}{E} = \text{const.} \quad (6.4)$$

ermittelt. Bei bekannter Spannungsabhängigkeit der inelastischen Dehnrates für eine Referenztemperatur T_{ref} entspricht $K_0(T_{\text{ref}})$ der Fließspannung an der Grenze zwischen dehnratenabhängiges und dehnratenunabhängiges Fließverhalten für diese Temperatur. Im Rahmen der experimentellen Untersuchungen konnte dieser Übergang bei keiner der untersuchten Temperaturen eindeutig identifiziert werden und wurde auf Basis einer Auftragung der gemäß Bild 6.3 ermittelten inelastischen Dehnrates über der zugehörigen Fließgrenze schätzungsweise bei 650 °C (923 K) zu 88 MPa gesetzt. Somit folgt aus Gl. (6.4)

$$K_0(T) = \frac{K_0(T_{\text{ref}})}{E(T_{\text{ref}})} E(T) = 6,50 \cdot 10^{-4} \cdot E(T), \quad (6.5)$$

wobei der Referenzwert $E(T_{\text{ref}})$ mit Hilfe von Gl. (6.1) berechnet wurde.

Temperaturabhängigkeit des Parameters A_c

Nach Ermittlung einer mathematischen Beziehung für $K_0(T)$ wurde die Temperaturabhängigkeit des Parameters A_c untersucht, welcher von der Temperatur nach einer Arrhenius-Funktion

$$A_c = A'_c \exp \left(- \frac{\Delta H_c}{RT} \right) \quad (6.6)$$

abhängt [133]. Dabei ist ΔH_c die thermische Aktivierungsenergie, R die universelle Gaskonstante und der präexponentielle Faktor A'_c eine Werkstoffkonstante. Um die Eignung der Beziehung in Gl. (6.6) zur Beschreibung des experimentell ermittelten Fließverhaltens für den Werkstoff 1.4509 zu verifizieren, wurde in erster Linie der obere Temperaturbereich $\vartheta > 500^\circ\text{C}$ betrachtet. Die Ergebnisse der Auswertung zeigen, dass im experimentell abgesicherten Dehnratenbereich (rund 10^{-7} bis 10^{-3} s^{-1}) eine signifikante Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung, die charakteristisch für Potenzgesetzkriechen ist, oberhalb 650°C existiert. **Bild 6.5** zeigt die inelastische Dehnrates in Abhängigkeit von der auf K_0 normierten Fließgrenze. Aus dieser Auftragung konnte anhand der Datenpunkte bei $650, 700, 800$ und 900°C ein mittlerer Wert des Exponenten n_1 im Potenzgesetz nach Gl. (6.2) ermittelt werden ($n_1 \approx 6,7$). Dieser Wert stimmt mit dem Norton-Exponenten $n \approx 6,9$, welcher an die minimalen Kriechraten aus Kriechversuchen angepasst wurde (Abschnitt 5.3), gut überein. Dieses Ergebnis deutet darauf hin, dass die mikrostrukturellen Änderungen des Werkstoffes 1.4509, die sich unter Kriechbeanspruchung bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit vollziehen, die Kinetik der plastischen Verformung im Bereich des Potenzgesetzkriechens nicht maßgeblich beeinflussen.

Die temperaturabhängigen Werte des Parameters A_c wurden für Temperaturen zwischen 650 und 900°C ermittelt. Anhand der Arrhenius-Darstellung in **Bild 6.6** wurde ersichtlich, dass eine geeignete Beschreibung des Parameters A_c für den Werkstoff 1.4509 mit einem einzigen Arrhenius-Gesetz nur oberhalb etwa 700°C möglich ist. Unterhalb dieser Temperatur zeigt sich ein nicht vernachlässigbarer Rückgang des experimentell ermittelten A_c -Wertes. Dieses

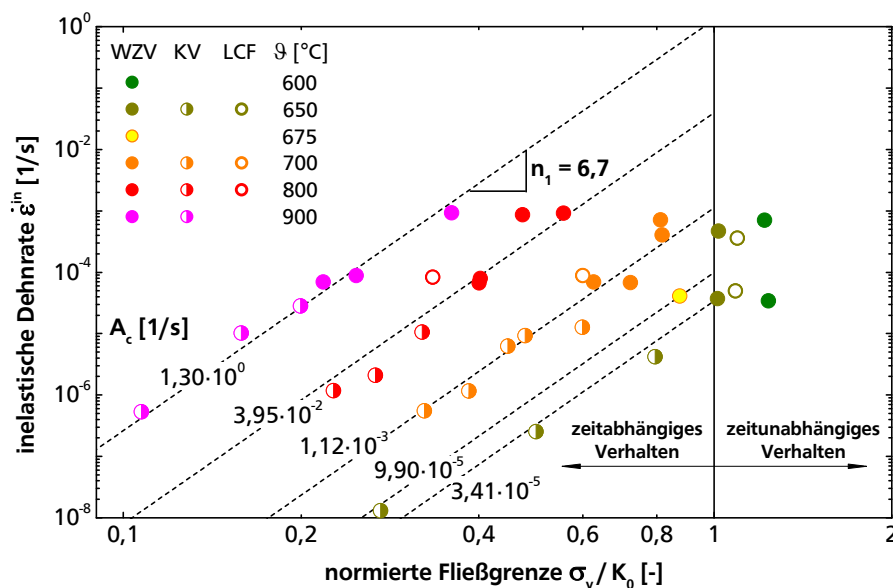


Bild 6.5: Inelastische Dehnrates in Abhängigkeit von der normierten Fließgrenze (Norton-Darstellung), ermittelt aus Warmzugversuchen (WZV), Kriechversuchen (KV) und aus der Erstbelastungskurve von isothermen Ermüdungsversuchen (LCF), Temperaturbereich 600 bis 900°C

Verhalten lässt sich auf die magnetische Umwandlung bei 671 °C zurückführen. Wie im Abschnitt 2.2.2 am Beispiel des α -Eisens gezeigt, findet beim Übergang vom ferromagnetischen zum paramagnetischen Zustand bei der Curie-Temperatur T_C eine abrupte Änderung des Koeffizienten für Volumendiffusion und somit des effektiven Diffusionskoeffizienten statt, wodurch das kletterkontrollierte Kriechverhalten entscheidend beeinflusst wird. Für den Parameter A_c lässt sich aufgrund der direkten Proportionalität zum effektiven Diffusionskoeffizienten ($A_c \propto D_{\text{eff}}$) ein ebenso starker Einfluss von der magnetischen Umwandlung erwarten, was auch experimentell beobachtet wurde. In Anlehnung an [79] wurde dieses Verhalten mit Hilfe eines geglätteten Übergangs zwischen ferromagnetischen und paramagnetischen Werkstoffzustand modelliert. Danach gilt

$$A_c = f_A A_c^{\text{para}} + (1 - f_A) A_c^{\text{ferro}} \quad (6.7)$$

mit

$$f_A = \frac{1}{2} + \frac{1}{2} \frac{T - (T_C + \Delta T_1)}{|T - T_C| + \Delta T_2}. \quad (6.8)$$

Dabei stellen ΔT_1 und ΔT_2 zusätzliche Parameter dar, die es ermöglichen, die Änderung von A_c mit der Temperatur im Übergangsbereich abzubilden.

Der mit Hilfe von Gln. (6.6), (6.7) und (6.8) errechneter Verlauf von A_c über der reziproken Temperatur zeigt **Bild 6.6**. Die identifizierten Modellparameter sind in **Tabelle 6.2** aufgelistet. Die Konstanten im paramagnetischen Bereich wurden direkt aus der an die experimentellen Daten angepassten Gerade in der Arrhenius-Auftragung ($\lg A_c$; $1/T$) ermittelt (obere gestrichelte Linie in Bild 6.6). Dabei wurde die Aktivierungsenergie ΔH_c^{para} aus der Steigung dieser Gerade mit Hilfe der Beziehung

$$\Delta H_c = -2,304 \cdot R \cdot \frac{d(\lg \dot{\epsilon}^{\text{in}})}{d(1/T)}, \quad (6.9)$$

und der Vorfaktor $A_c'^{\text{para}}$ aus

$$\lg A_c = \lg \dot{\epsilon}^{\text{in}}(T \rightarrow \infty) \quad (6.10)$$

berechnet. Die Konstanten im ferromagnetischen Bereich konnten aufgrund der begrenzten Datenpunkte im Potenzgesetz-Regime unterhalb der Curie-Temperatur nicht direkt bestimmt werden. Daher wurden der präexponentielle Faktor $A_c'^{\text{ferro}}$ und die Aktivierungsenergie $\Delta H_c^{\text{ferro}}$ unter Annahme der Proportionalität zu den entsprechenden Konstanten für die reguläre Gitterdiffusion vom ferromagnetischen und paramagnetischen α -Eisen [79] näherungsweise gemäß den Beziehungen

$$A_c^{\text{ferro}} \approx A_c^{\text{para}} \cdot \left. \frac{D_{0v}^{\text{ferro}}}{D_{0v}^{\text{para}}} \right|_{\alpha-\text{Fe}} \quad (6.11)$$

und

$$\Delta H_c^{\text{ferro}} \approx \Delta H_c^{\text{para}} \cdot \left. \frac{Q_v^{\text{ferro}}}{Q_v^{\text{para}}} \right|_{\alpha-\text{Fe}} \quad (6.12)$$

berechnet.

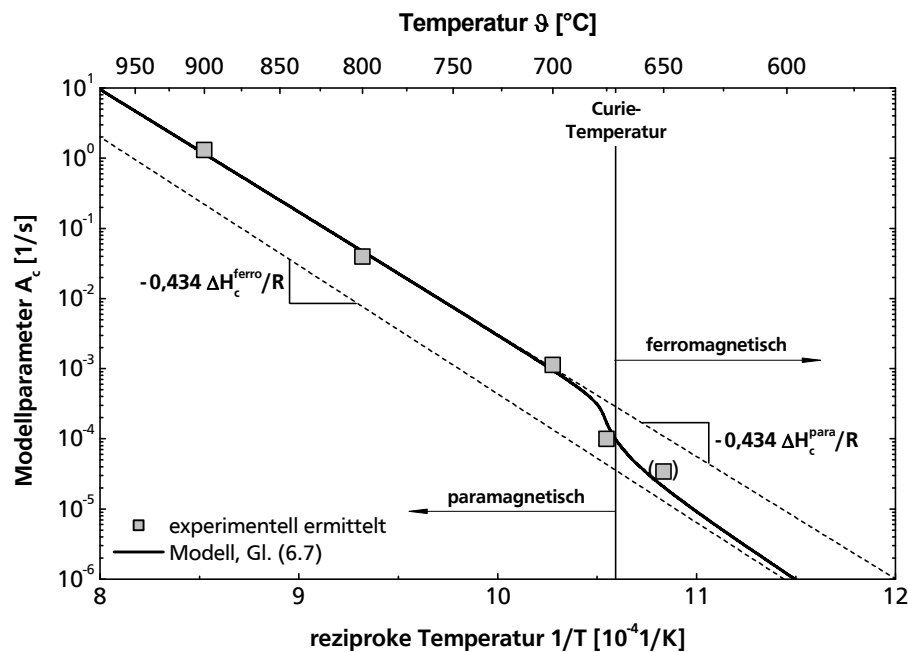


Bild 6.6: Temperaturabhängigkeit des Parameters A_c (Arrhenius-Darstellung)

Tabelle 6.2: Identifizierte Parameter zur Beschreibung der Temperaturabhängigkeit von A_c nach Gln. (6.6), (6.7) und (6.8)

Modellparameter	Beschreibung	Wert	
		ferromagnetisch $\vartheta < 671 \text{ °C}$	paramagnetisch $\vartheta \geq 671 \text{ °C}$
A'_c	Vorfaktor	$9,14 \cdot 10^{14} \text{ s}^{-1}$	$8,68 \cdot 10^{14} \text{ s}^{-1}$
ΔH_c	Aktivierungsenergie	351 kJ/mol	334 kJ/mol
$T_C + \Delta T_1$	Wendepunkt des Übergangs	$T_C + 5 \text{ K}$	
ΔT_2	Temperaturbereich des Übergangs	5 K	

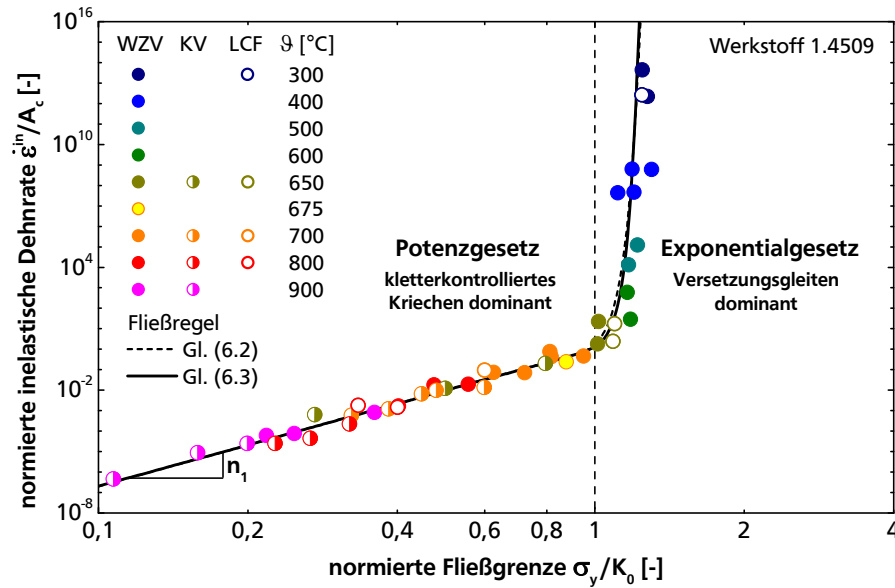


Bild 6.7: Normierte inelastische Dehnraten in Abhängigkeit von der normierten Fließgrenze. Gestrichelte Linie: Fließregel basierend auf dem Potenz-/Exponentialgesetz nach Gl. (6.2). Durchgezogene Linie: Fließregel basierend auf dem Sinus-Hyperbolikus-Gesetz nach Gl. (6.3)

Ermittlung der Fließregel für dehnratenunabhängiges Verhalten und Validierung

Nach der Entwicklung einer geeigneten mathematischen Beschreibung der Temperaturabhängigkeit der Parameter A_c und K_0 erfolgte eine Normierung der experimentell ermittelten Fließspannungen und zugehörigen inelastischen Dehnraten gemäß der Auftragung $\dot{\epsilon}^{\text{in}}/A_c$ über σ_y/K_0 in Bild 6.7. Der Bereich $\sigma_y/K_0 < 1$ entspricht dem oben beschriebenen dehnratenabhängigen Verformungsverhalten, charakteristisch für kletterkontrolliertes Kriechen. Die große Steigung im Bereich $\sigma_y/K_0 \geq 1$ gibt das dehnratenunabhängige Verformungsverhalten wieder, in dem Versetzungsgleiten der wirkende Verformungsmechanismus darstellt. Auf Basis der normierten Daten wurde der Spannungsexponent n_2 aus Gl. (6.2) ermittelt ($n_2 \approx 16$).

In Bild 6.7 ist neben der Fließregel nach dem Potenz-/Exponentialgesetz (gestrichelte Linie) auch die Anpassung der Fließregel basierend auf dem Sinus-Hyperbolikus nach Gl. (6.3) gezeigt (durchgezogene Linie). Beide Ansätze liefern eine angemessene Beschreibung des Fließverhaltens über den untersuchten Bereich der Spannung, Temperatur und Verformungsgeschwindigkeit. Der Sinus-Hyperbolikus-Ansatz bildet jedoch den Übergang zwischen Versetzungskriechen und Versetzungsgleiten (*power-law-breakdown*) besser ab und wurde daher bevorzugt eingesetzt. Die Spannungsexponenten n'_1 und n'_2 wurden zu jeweils 21,0 und 0,319 ermittelt, wobei der Zusammenhang

$$n'_2 = \frac{n_1}{n'_1} \quad (6.13)$$

zwischen den Exponenten gelten muss, damit sich Gl. (6.3) bei niedrigen Spannungswerten ($\sigma_y/K_0 < 1$) auf das ermittelte Potenzgesetz reduziert.

Auf Basis der inelastischen Fließregel und des Anfangswertes der isotropen Festigkeit lassen sich Verformungsmechanismuskarten für den stationären Anfangszustand erstellen. **Bild 6.8** zeigt als Beispiel die Auftragung der inelastischen Dehnrates über der (Fließ-)Spannung. Daran lässt sich eine gute Korrelation zwischen den errechneten Isothermen und den experimentellen Daten für Temperaturen ab 300 °C erkennen. Bei niedrigeren Temperaturen ist für eine angemessene Beschreibung des dehnratenabhängigen Fließverhaltens der Einfluss von thermisch aktivierbaren Hindernissen zur Versetzungsbewegung einzubeziehen. Ein entsprechender Ansatz zur Erweiterung der inelastischen Fließregel wird im folgenden Abschnitt beschrieben.

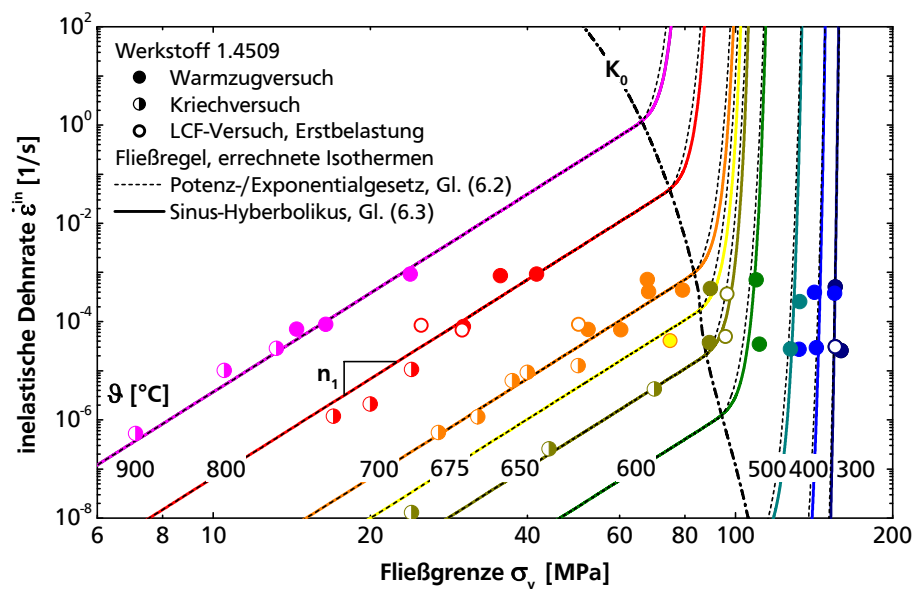


Bild 6.8: Verformungsmechanismuskarte für den stationären Ausgangszustand, Auftragung der inelastischen Dehnrates in Abhängigkeit von der Fließgrenze. Gestrichelte Linien: Fließregel basierend auf dem Potenz-/Exponentialgesetz nach Gl. (6.2). Durchgezogene Linien: Fließregel basierend auf dem Sinus-Hyperbolicus-Gesetz nach Gl. (6.3).

6.1.2 Thermisch aktivierbarer Spannungsanteil

Auf Basis der Ergebnisse aus Zug- und LCF-Versuchen bei Raumtemperatur konnte am Werkstoff 1.4509 auch im unteren Temperaturbereich eine signifikante Zeitabhängigkeit der Fließspannung identifiziert werden. Wie im Abschnitt 2.2.2 beschrieben, zeigen metallische Werkstoffe mit kubisch-raumzentrierter Struktur – wozu ferritische nichtrostende Stähle zählen – bei niedrigen Temperaturen eine deutliche Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung. Dieses bekannte Verhalten lässt sich auf der Existenz eines inhärenten Gitterwiderstands zur Versetzungsbewegung zurückführen, welcher oft als Peierls-Barriere bezeichnet wird. Diese Barriere kann infolge thermischer Aktivierung überwunden werden, so dass der Einfluss des Gitterwiderstands einem thermischen Spannungsanteil zugeschrieben wird. Um den Einfluss des Gitterwiderstands im Rahmen des viskoplastischen Verformungsmodells berücksichtigen zu können, wurde in Anlehnung an [188] und unter Annahme einer Richtungsunabhängigkeit des Peierls-Mechanismus, die isotrope Festigkeitsvariable additiv zerlegt:

$$K = K^{\text{ath}} + K^{\text{th}}. \quad (6.14)$$

Dabei stellt K^{ath} die athermische Komponente der Schleppspannung dar, welche die langreichweitigen Hindernisse zur Versetzungsbewegung repräsentiert, und K^{th} die thermische bzw. thermisch aktivierbare Komponente, die in dem vorliegenden Modell ausschließlich den Einfluss des Gitterwiderstands widerspiegelt. Die verwendete Gleichung zur Modellierung der Zeit- und Temperaturabhängigkeit der thermischen Spannung basiert auf einem weitverbreiteten Ansatz nach Follansbee [198]:

$$K^{\text{th}} = S_p(\dot{\epsilon}^{\text{in}}, T) \cdot \hat{K}_p \cdot \frac{E(T)}{E_0}. \quad (6.15)$$

Dabei ist E_0 der theoretische Wert des Elastizitätsmoduls beim absoluten Nullpunkt, $E(T)$ der temperaturabhängige Elastizitätsmodul und \hat{K}_p der sogenannte mechanische Schwellenwert der thermischen Spannungskomponente beim absoluten Nullpunkt. Für die Funktion $S_p(\dot{\epsilon}^{\text{in}}, T)$, die die Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit modelliert, gilt die Beziehung

$$S_p(\dot{\epsilon}^{\text{in}}, T) = \left\{ 1 - \left[\frac{k_B T}{E(T) b^3 g_0} \cdot \ln \left(\frac{\dot{\epsilon}_{0,p}^{\text{in}}}{|\dot{\epsilon}^{\text{in}}|} \right) \right]^{1/q} \right\}^{1/p}. \quad (6.16)$$

Dabei ist k_B die Boltzmann-Konstante, b der Betrag des Burgers-Vektors, g_0 die gesamte freie Aktivierungsenergie bei 0 K normiert auf $E(T)b^3$, und die Konstante $\dot{\epsilon}_{0,p}^{\text{in}}$ ein Referenzwert der inelastischen Dehnraten. Die Konstanten p und q , die die Geometrie und Verteilung der Hindernisse zur Versetzungsbewegung wiedergeben, wurden in Anlehnung an [79] zu

jeweils 3/4 und 4/3 gesetzt. Die verwendeten Parameter und Konstanten zur Modellierung der Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit der thermischen Spannungskomponente sind in **Tabelle 6.3** zusammengefasst.

Die oben beschriebene Modellerweiterung impliziert, dass das Fließverhalten im stationären Ausgangszustand oberhalb eines bestimmten Wertes der inelastischen Dehnrates (bei konstanter Temperatur) bzw. unterhalb einer bestimmten Temperatur (bei konstanter Dehnrates) von dem Peierls-Mechanismus kontrolliert ist. Unter Anwendung der Fließregel nach Gl. (6.3) lässt sich für die Fließgrenze im stationären Ausgangszustand beim temperaturabhängigen Übergang die Beziehung

$$\sigma_y = K_0 \cdot \left\{ \sinh^{-1} \left[\left(\frac{\dot{\epsilon}_{0,P}^{\text{in}}}{A_c} \cdot \exp - \frac{Eb^3 g_0}{k_B T} \right)^{1/n_2} \right] \right\}^{1/n_1} := K_{0,P} \quad (6.17)$$

herleiten und die erweiterte Fließregel formulieren:

$$\dot{\epsilon}^{\text{in}} = \begin{cases} A_c \left\{ \sinh \left[\left(\frac{\sigma_y}{K_0^{\text{ath}}} \right)^{n_1'} \right] \right\}^{n_2'} & \left(\frac{\bar{\sigma}}{K_{0,P}} \right) < 1 \\ A_c \left\{ \sinh \left[\left(\frac{\sigma_y}{K_0^{\text{ath}} + K_0^{\text{th}}} \right)^{n_1'} \right] \right\}^{n_2'} & \left(\frac{\bar{\sigma}}{K_{0,P}} \right) \geq 1. \end{cases} \quad (6.18)$$

Bild 6.9 zeigt in der Auftragung der inelastischen Dehnrates über der Fließgrenze eine mit Hilfe von Gl. (6.18) konstruierte Verformungsmechanismuskarte. Der Übersicht halber wurden in dieses Diagramm nur die experimentellen Datenpunkte eingetragen, die im Bereich des von thermisch aktivierbarer Hindernisüberwindung beeinflussten Versetzungsgleitens liegen. Dabei handelt es sich um Daten aus Zug- und LCF-Versuchen bei Raumtemperatur.

Tabelle 6.3: Parameter zur Beschreibung der Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit des thermisch aktivierbaren Spannungsanteils nach Gln. (6.15) und (6.16)

Modellparameter	Beschreibung	Wert
\hat{R}_p/E_0	mechanischer Schwellenwert normiert auf E-Modul bei 0 K	$1,90 \cdot 10^{-3}$
k_B	Boltzmann-Konstante	$1,381 \cdot 10^{-23} \text{ J/K}$
b	Betrag des Burgers-Vektors (Wert für α -Eisen [79])	$2,48 \cdot 10^{-10} \text{ m}$
g_0	normierte freie Aktivierungsenergie	$5,20 \cdot 10^{-2}$
$\dot{\epsilon}_{0,P}^{\text{in}}$	inelastische Referenzdehnrates	10^{10} s^{-1}
p	Werkstoffkonstante	3/4
q	Werkstoffkonstante	4/3

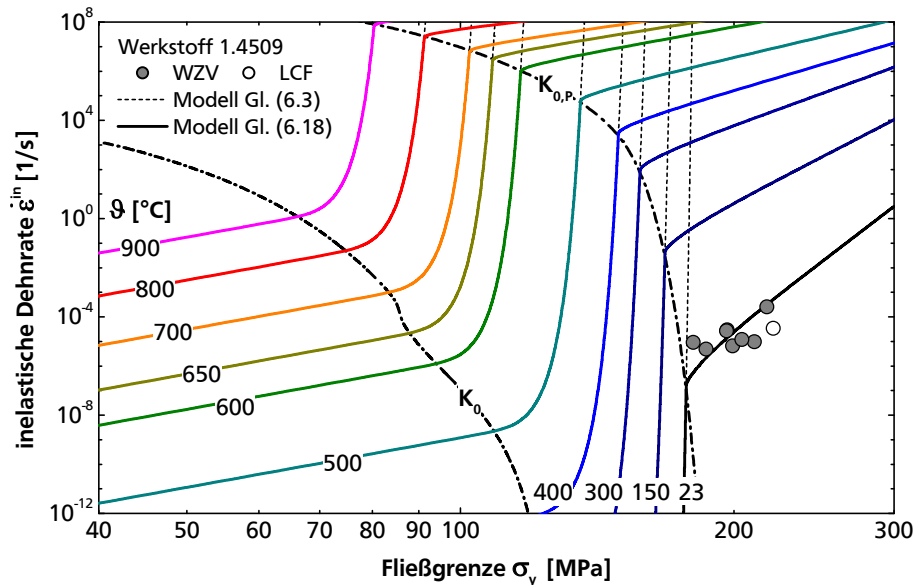


Bild 6.9: Verformungsmechanismuskarte für den stationären Ausgangszustand, Auftragung der inelastischen Dehnrates über der Fließgrenze, mit Hilfe von Gl. (6.18) errechnete Isothermen unter Berücksichtigung der thermischen Spannungskomponente

Die Modellgleichung (6.18) beschreibt das temperatur- und dehnratenabhängige Verformungsverhalten des Werkstoffs 1.4509 im stationären Anfangszustand, berücksichtigt also keine zeit- oder verformungsabhängigen Effekte. Das experimentell ermittelten Verfestigungs- bzw. Entfestigungsverhalten infolge thermischer Beanspruchung sowie zyklischer Plastizität lässt sich auf Basis von geeigneten Beziehungen zur Beschreibung der Evolution der Schleppspannung modellieren.

6.1.3 Evolution der athermischen Schleppspannung

Im Sinne der Beschreibung der Evolution der temperaturabhängigen Schleppspannung K^{ath} sind zwei Zustandswerte von Interesse. Der eine ist der Anfangswert K_0^{ath} , der der Festigkeit des Werkstoffs im nicht deformierten (Ausgangs-)Zustand entspricht und bereits im Abschnitt 6.1.1 behandelt wurde. Der zweite ist $K_{\text{sat}}^{\text{ath}}$, der den gesättigten bzw. stabilisierten Zustand nach zyklischer Beanspruchung widerspiegelt.

Zur Bestimmung von $K_{\text{sat}}^{\text{ath}}$ wird die gesättigte Werkstoffantwort unter isothermer zyklischer Beanspruchung betrachtet. Es besteht die Möglichkeit, die athermische Schleppspannung aus LCF-Versuchsdaten für jeden Zyklus zu berechnen. Hierzu wurde zunächst die mittlere zyklische (Ersatz-)Fließgrenze $\overline{\sigma}_{\text{cy}}$ und die zugehörige inelastische Dehnrage bei dem definierten inelastischen Offset von 0,01% ermittelt. Die Werte der athermischen Schleppspannung K^{ath} lassen sich anschließend für jeden Zyklus durch Umkehren von Gl. (6.63) bestimmen:

$$K^{\text{ath}} = \bar{\sigma}_{\text{cy}} \cdot \left\{ \sinh^{-1} \left[\left(\frac{\dot{\varepsilon}^{\text{in}}}{A_c} \right)^{1/n_2'} \right] \right\}^{-1/n_1'} - K^{\text{th}}. \quad (6.19)$$

Die gesättigte Fließgrenze $\bar{\sigma}_{\text{cy}}^{\text{sat}}$ wurde in Anlehnung an [133] bei halber Anrisswechselzahl bestimmt, wobei der arithmetische Mittelwert der Datenpunkte aller aufgenommenen Hystereseschleifen im Bereich von 45 bis 55 % der Anrisslebensdauer gebildet wurde (**Bild 6.10**).

Die somit errechneten Werte für $K_{\text{sat}}^{\text{ath}}$ über der Temperatur sind am Beispiel der isothermen Ermüdungsversuche an Flachproben (Abschnitt 5.4.1) für die Dehnrate 10^{-4} 1/s in **Bild 6.11** aufgetragen (Symbole). Die Temperaturabhängigkeit von $K_{\text{sat}}^{\text{ath}}$ lässt sich mathematisch wie folgt beschrieben:

$$K_{\text{sat}}^{\text{ath}} = \begin{cases} 162,0 + 3,5 \cdot 10^{-4} \vartheta^2 & 23^\circ\text{C} \leq \vartheta \leq 471^\circ\text{C} \\ 714,9 - 1,01 \vartheta & 471^\circ\text{C} < \vartheta \leq 651^\circ\text{C} \\ 85,1 - 4,109 \cdot 10^{-2} \vartheta & \vartheta > 656^\circ\text{C} \end{cases} \quad (6.20)$$

Dabei werden die Werte von $K_{\text{sat}}^{\text{ath}}$ in MPa angegeben. Aus der in Bild 6.11 dargestellten Temperaturabhängigkeit der Schleppspannung wird ersichtlich, dass der Werkstoff im mittleren Temperaturbereich eine deutliche zyklische Verfestigung zeigt, im oberen Temperaturbereich ($\vartheta \geq 650^\circ\text{C}$) dagegen eine zyklische Entfestigung. Interessanterweise ergibt Gl. (6.20) ein Maximum der Schleppspannung in der Nähe von 475°C , was der Temperatur der höchsten Versprödungsrate infolge der α - α'_{Cr} -Entmischung entspricht (Abschnitt 2.1.3.3).

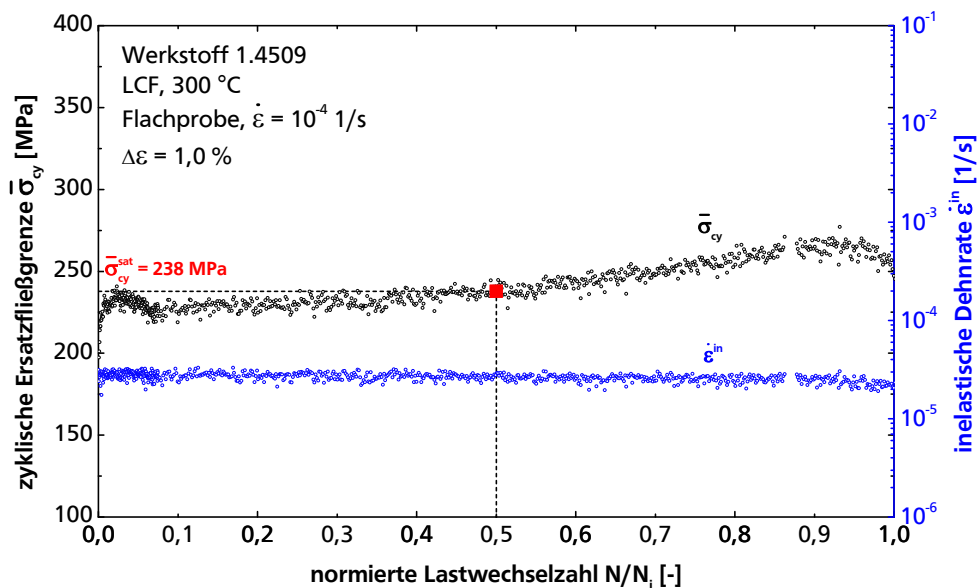


Bild 6.10: Zur Ermittlung des Sättigungswertes der zyklischen Ersatzfließgrenze und der zugehörigen inelastischen Dehnrate bei halber Anrisswechselzahl am Beispiel des isothermen Ermüdungsversuchs fER3d2 (300°C , $\Delta\varepsilon = 1,0\%$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-4}$ 1/s)

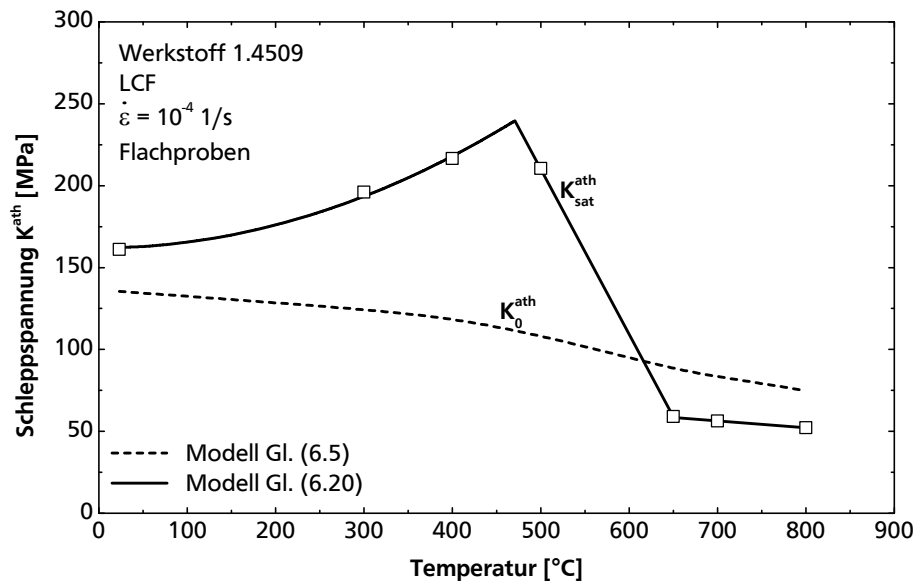


Bild 6.11: Zur Beschreibung der Temperaturabhängigkeit des Sättigungswertes der athermischen Schleppspannung $K^{\text{ath}}_{\text{sat}}$

Die bisher in diesem Kapitel beschriebenen Ansätze, nämlich die inelastische Fließregel und die Beschreibung der Temperaturabhängigkeit der isotropen Variable $K^{\text{ath}}_{\text{sat}}$, stellen diejenigen Modellbausteine dar, die für die Modellierung der Lebensdauer mit dem Modell nach Neu und Sehitoglu (Abschnitt 6.2) erforderlich sind. Im Folgenden werden Ansätze zur Erweiterung des ausgewählten Verformungsmodells nach Slavik und Sehitoglu präsentiert. Dabei handelt es sich um „Module“, die es ermöglichen, das komplexe Verformungsverhalten des Werkstoffes 1.4509, welches auch von einer vorausgehenden Kaltverformung abhängt, unter Einbeziehung der Erholung sowie des Einflusses von Ausscheidungsprozessen zu beschreiben.

6.1.4 Erholung der Kaltverfestigung bei Vernachlässigung zeitabhängiger Effekte

Zur Entwicklung einer geeigneten Evolutionsgleichung für die isotrope Schleppspannung ist in erster Linie die Werkstoffantwort bei Raumtemperatur genauer zu untersuchen. Dabei wurde angenommen, dass – außer dem im vorherigen Abschnitt beschriebenen Einfluss der thermisch aktivierbaren Spannungskomponente – alle Effekte, die eine Änderung der isotropen Festigkeit zur Folge haben, zeitunabhängiger Natur sind. Mit anderen Worten entwickelt sich der athermische Anteil der Schleppspannung bei Raumtemperatur ausschließlich mit der akkumulierten inelastischen Dehnung. Ferner wurde angenommen, dass die Änderung der Schleppspannung unter LCF-Beanspruchung bei RT lediglich mit einer Änderung der Versetzungsdichte und -anordnung einhergeht. Alle anderen mikrostrukturellen Eigenschaften, die zu einer Festigkeitssteigerung führen, wie z. B. die Größe und Verteilung von Ausscheidungen oder die Konzentration mischkristallverfestigender Elemente, bleiben bei dieser Temperatur unbeeinflusst. Auch diffusionsgesteuerte Vorgänge wie Reckalterungsprozesse sind aufgrund unzureichender thermischer Energie bei Raumtemperatur vernachlässigbar.

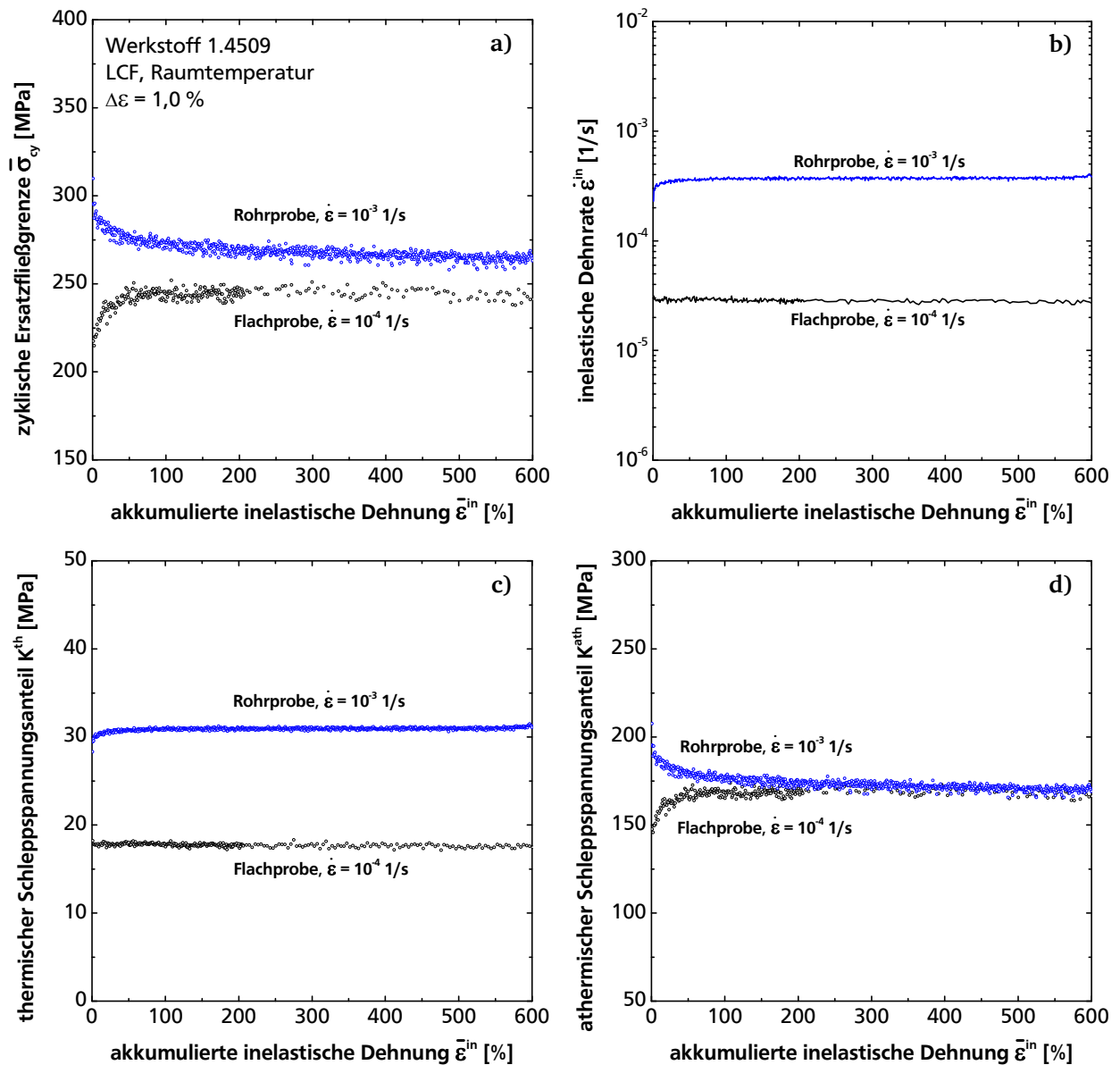


Bild 6.12: Zur Ermittlung der athermischen Schleppspannung am Beispiel von LCF-Versuchen bei Raumtemperatur, mechanische Dehnschwingbreite $\Delta\epsilon = 1,0\%$. Experimentell ermittelter Verlauf der zyklischen Ersatzfließgrenze (a), der zugehörigen inelastischen Dehnrate (b), des thermischen (c) und athermischen Schleppspannungsanteils (d) über der akkumulierten inelastischen Dehnung

Der mit Hilfe von Gl. (6.19) ermittelte Verlauf der athermischen Schleppspannung über der akkumulierten inelastischen Dehnung zeigt **Bild 6.12** am Beispiel von LCF-Versuchen bei Raumtemperatur. Der Werkstoff im Ausgangszustand (Flachprobe) zeigt eine Anfangsverfestigung bis zum Erreichen eines Maximalwertes der athermischen Schleppspannung bei einer akkumulierten inelastischen Dehnung von rund 100 %. Die weitere zyklische Plastizität führt anschließend zu einem leichten Abfall der Schleppspannung mit kontinuierlich abnehmender Entfestigungsrate bis zum Erreichen eines Sättigungswertes. Der Werkstoff im plastisch vorverformten Zustand (Rohrprobe) zeigt stets eine zyklische Entfestigung, wobei die Entfestigungsrate mit zunehmender zyklischer Plastizität abfällt und sich der Entfestigungsrate des

Werkstoffes im unverformten Ausgangszustand annähert. Der Anfangswert der athermischen Schleppspannung des Werkstoffes im kaltverfestigten Zustand liegt deutlich oberhalb des an Flachproben ermittelten Maximalwertes.

Um das oben beschriebene Verhalten zu modellieren und mit dem Ziel, die Evolution der athermischen Schleppspannung infolge einer Änderung der Versetzungsdichte und -struktur unabhängig vom Kaltverfestigungszustand mit einer einzigen Gleichung mathematisch zu beschreiben, lässt sich eine additive Zerlegung der athermischen Schleppspannungsrate in einen Term für dynamische Verfestigung und einen Term für dynamische Erholung vornehmen:

$$\dot{K}^{\text{ath}}(\vartheta = 23^\circ\text{C}) \approx \dot{K}_\rho + \dot{K}_\delta. \quad (6.21)$$

Dabei stellt K_ρ eine innere Variable dar, die mit der mittleren Gesamtversetzungsdichte ρ in folgendem Zusammenhang steht [199]:

$$K_\rho = c_0 \cdot M \cdot E \cdot \sqrt{\rho}. \quad (6.22)$$

Der Taylor-Faktor $M = \sigma/\tau = \gamma^{\text{in}}/\varepsilon^{\text{in}}$, der die Schubspannung τ und die Scherdehnung γ^{in} in Beziehung mit der Axialspannung σ und der inelastischen Axialdehnung ε^{in} bringt, besitzt bei kubisch-raumzentrierten Metallen den Wert 2,9 [79]. Die Größe E ist der temperaturabhängige E-Modul und der Parameter $c_0 = \alpha \cdot b \cdot (G/E)$. Dabei ist b der Betrag des Burgers-Vektors, G der Schubmodul und α eine numerische Konstante. Die Ableitung von Gl. (6.22) nach der Zeit liefert eine Evolutionsgleichung für die innere Variable K_ρ bei zeitlich veränderlicher Temperatur:

$$\dot{K}_\rho = c_0 M \left(E \frac{\dot{\rho}}{2\sqrt{\rho}} + \frac{\partial E}{\partial T} \dot{T} \sqrt{\rho} \right). \quad (6.23)$$

Die Änderung der Versetzungsdichte infolge plastischer Verformung lässt sich anhand der folgenden Evolutionsgleichung nach Estrin [188, 199] modellieren:

$$\dot{\rho} = (c_1 \sqrt{\rho} - c_2 \rho) \dot{\varepsilon}^{\text{in}}. \quad (6.24)$$

Die Koeffizienten c_1 und c_2 charakterisieren jeweils die zwei konkurrierenden Vorgänge der Erzeugung und Einlagerung sowie der Auslöschung von Versetzungen. Es gilt die Annahme, dass der Prozess der Versetzungserzeugung und -einlagerung athermisch abläuft, so dass c_1 als konstant angenommen wird. Andererseits findet der Prozess der Versetzungsauslöschung durch dynamische Erholungsvorgänge thermisch aktiviert statt, so dass eine Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit von c_2 gemäß der Beziehung

$$c_2 = c_{20} \left(\frac{\dot{\epsilon}^{\text{in}}}{\dot{\epsilon}_{0,p}^{\text{in}}} \right)^{-1/n} \quad (6.25)$$

beschrieben wird, wobei c_{20} und n Werkstoffkonstanten darstellen. Die Temperaturabhängigkeit ist in dem Parameter $\dot{\epsilon}_{0,p}^{\text{in}}$ enthalten, der einer Arrhenius-Gleichung folgt, in der die Aktivierungsenergie für Versetzungsklettern der Aktivierungsenergie für Selbstdiffusion entspricht.

Die innere Variable K_δ in Gl. (6.21) wird eingeführt, um den Einfluss der Evolution der Versetzungsstruktur unter niederzyklischer Ermüdungsbeanspruchung auf die isotrope Festigkeit zu modellieren. Wie aus der Literatur [200, 201] bekannt ist, bilden sich in ferritischen nicht-rostenden Stählen infolge zyklischer Plastizität energetisch günstige Versetzungsstrukturen aus, die als Ursache für die bei Raumtemperatur beobachtete zyklische Entfestigung identifiziert wurden. Die Evolution der Variable K_δ entspricht einer dynamischen Erholung und lässt sich anhand der Beziehung

$$\dot{K}_\delta = c_3 (K_\delta - K_{\delta,\text{sat}}) \dot{\epsilon}^{\text{in}} \quad (6.26)$$

modellieren. Der Parameter c_3 charakterisiert dabei die Entfestigungsrate infolge der Bildung von energetisch günstigen Versetzungsstrukturen und $K_{\delta,\text{sat}}$ stellt einen Sättigungswert dar. Gl. (6.26) impliziert, dass energetisch günstige Substrukturen sich ausschließlich mit der akkumulierten plastischen Dehnung entwickeln und sich einem stationären Zustand annähern.

Aus der Kombination von Gln. (6.21), (6.23), (6.24) und (6.26) lässt sich folgende Beziehung für den Sättigungswert der athermischen Komponente der Schleppspannung unter dem alleinigen Einfluss der Änderung der Versetzungsdichte und -anordnung herleiten:

$$K_{\text{sat}}^{\text{ath}} \approx K_0 + c_0 \text{ME} \left(\sqrt{\rho_{\text{sat}}} - \sqrt{\rho_0} \right) - K_{\delta,\text{sat}}. \quad (6.27)$$

Die Parameter ρ_0 und ρ_{sat} sind jeweils der Anfangs- und der Sättigungswert der mittleren Gesamtversetzungsdichte, wobei für den Sättigungswert die Beziehung

$$\sqrt{\rho_{\text{sat}}} = \frac{c_1}{c_2} \quad (6.28)$$

gilt.

Mit Hilfe des oben beschriebenen Ansatzes ließe sich die experimentell ermittelte zyklische Verfestigung des Werkstoffs 1.4509 unter LCF-Beanspruchung bei Raumtemperatur, unabhängig vom Anfangswert der Kaltverformung, modellieren. Wie bereits erwähnt, überlagern sich bei höheren Temperaturen zeitabhängige Effekte. Im gedachten Fall einer vollständigen

Unterdrückung dieser zeitabhängigen Effekte, was im Grenzfall sehr hoher Verformungsgeschwindigkeiten zutrifft, wird auch bei hohen Temperaturen eine zyklische Verfestigung – ähnlich wie bei Raumtemperatur – erfolgen. Eine leichte Temperaturabhängigkeit würde in diesem Fall über den Elastizitätsmodul zustande kommen. Diese Vorstellung veranschaulicht **Bild 6.13** auf Basis der Verläufe der athermischen Schleppspannung in Bild 6.11.

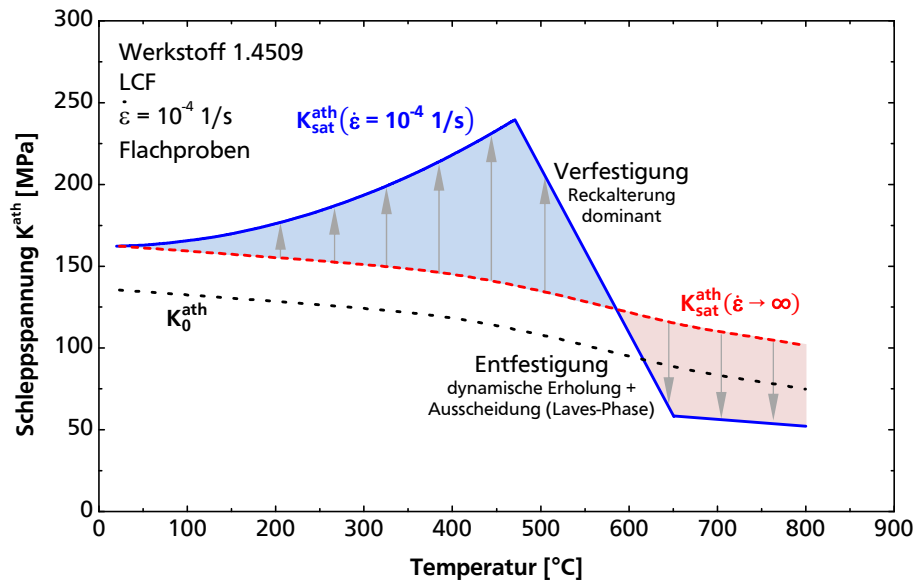


Bild 6.13: Schematische Darstellung des temperaturabhängigen zyklischen Verfestigungs- bzw. Entfestigungsverhaltens des Werkstoffs 1.4509 mit Angabe der dominierenden mikrostrukturellen Vorgänge.

Die in dieser Arbeit durchgeführten Experimente haben gezeigt, dass, bei Temperaturen oberhalb etwa 600 °C, insbesondere die Gefügeinstabilität infolge der Ausscheidung einer Niobreichen Laves-Phase mit einer erheblichen Entfestigung verbunden ist. Eine realitätsnahe mathematische Beschreibung dieses Verhaltens liefert in diesem Fall die Modellierung des Ausscheidungs- und Vergrößerungsprozesses selbst. Ein entsprechender Ansatz wird im Folgenden vorgestellt.

6.1.5 Modellierung der Entfestigung infolge der Laves-Phasen-Ausscheidung

Zur Erweiterung des konstitutiven Modells um Beziehungen, die den Einfluss der Ausscheidung und Vergrößerung von Niob-reichen Teilchen in dual stabilisierten ferritischen Stählen beschreiben sollen, lassen sich folgende Annahmen treffen:

- Bei den Ausscheidungen handelt es sich ausschließlich um Laves-Phasen-Teilchen vom Typ Fe_2Nb . Der Einfluss von Karbiden vom Typ $\text{Fe}_3\text{Nb}_3\text{C}$ wird aufgrund des vergleichsweise sehr geringen Volumenanteils vernachlässigt.
- Der Anteil an Laves-Phasen-Teilchen ist im unbeanspruchten Ausgangszustand vernachlässigbar gering, d.h. die Laves-Phase ist zu Beginn vollständig aufgelöst und es liegt ein übersättigter Mischkristall vor. Die Ausscheidungs- und Vergrößerungsvorgänge erfolgen *in situ* durch die kombinierte Wirkung von Temperatur und plastische Verformung.
- Die Laves-Phasen-Teilchen stellen aufgrund ihrer zur Matrix inkohärenten Phasengrenzfläche Hindernisse zur Versetzungsbewegung dar, die von den Versetzungen nicht geschnitten sondern nur durch den Orowan-Mechanismus umgangen werden können. Demnach ist die Wirksamkeit der Ausscheidungen im Hinblick auf die Festigkeitssteigerung entscheidend von ihrer Dispersion, d.h. vom Durchmesser und Volumenanteil, abhängig.
- Die Ausscheidung der Laves-Phasen-Teilchen erfolgt heterogen [185]. In Anlehnung an den Ergebnissen in [32] sind Versetzungen, Subkorn- und Korngrenzen die bevorzugten Keimbildungsorte, wobei es zu beachten ist, dass bei Temperaturen unterhalb etwa 750 °C, aufgrund der höheren Unterkühlung und der entsprechend höheren thermodynamischen Triebkraft, die Ausscheidung an Versetzungen dominiert.
- Die Ausscheidung der Laves-Phase führt gleichzeitig zu einer Verarmung des Elements Niob in der ferritischen Matrix, wodurch der Beitrag der Mischkristallverfestigung zu der Festigkeit des Werkstoffs zurückgeht (Entfestigung).

Die Modellierung der Ausscheidung und Vergrößerung der Laves-Phase basiert auf einem Ansatz nach Dutta *et al.* [202], welcher zur Beschreibung der Kinetik der verformungsinduzierten Nb(C, N)-Ausscheidung in austenitischen Stählen entwickelt wurde. Dieser Ansatz basiert auf der klassischen Keimbildungstheorie (Volmer und Weber [203], Becker und Döring [204], Zeldovich [205]) und der Annahme zugrunde liegt, dass die beschleunigte Ausscheidungskinetik, die bei plastischer Verformung experimentell beobachtet wird, auf der heterogenen Keimbildung an Versetzungen und auf der erhöhten Vergrößerungsrate infolge Versetzungskerndiffusion zurückzuführen ist.

Thermodynamische Betrachtungen

Im vorliegenden Modell wurde von stöchiometrischen Fe_2Nb -Ausscheidungen ausgegangen, für die sich die Reaktionsgleichung



formulieren lässt. Die Gleichgewichtskonstante K für diese Reaktion berechnet sich nach dem Massenwirkungsgesetz zu

$$K = \frac{a_{\text{Fe}_2\text{Nb}}}{a_{\text{Nb}} \cdot a_{\text{Fe}}^2}, \quad (6.30)$$

wobei für ein reines Gemisch die Aktivität $a_{\text{Fe}_2\text{Nb}} = 1$ und im vorliegenden Fall einer stark verdünnten Mischkristalllegierung die Aktivitäten a_{Nb} und a_{Fe} als proportional zu den Stoffmengenanteilen x_{Nb} und x_{Fe} in der Legierung angenommen werden. Ferner lässt sich in Anlehnung an [206] der Stoffmengenanteil von Eisen als Matrix-Element näherungsweise gleich Eins setzen. Die Gleichgewichtskonstante in Gl. (6.59) ist mit der Standardreaktionsenthalpie ΔG^0 , der Entropie ΔS^0 und der Enthalpie ΔH^0 wie folgt verknüpft [25, 207]:

$$\Delta G^0 = \Delta H^0 - T\Delta S^0 = -R \cdot T \cdot \ln K. \quad (6.31)$$

Die Kombination von Gln. (6.30) und (6.31) liefert die übliche Beziehung für das Löslichkeitsprodukt, welches im vorliegenden Fall der Löslichkeit von Nb entspricht:

$$\ln x_{\text{Nb}}^{\text{eq}}(\infty) = \frac{A}{T} + B, \quad (6.32)$$

mit den Konstanten $A = -\Delta H^0/R$ und $B = \Delta S^0/R$. Die Größe $x_{\text{Nb}}^{\text{eq}}$ stellt dabei den Gleichgewichtsstoffmengenanteil (engl. *equilibrium mole fraction*) von in der ferritischen Matrix gelöstem Nb dar. Die in nachfolgenden Berechnungen verwendeten Werte für die Konstanten A und B sind in **Tabelle 6.4** aufgeführt. Diese wurden aus der Arbeit von Fujita *et al.* [206] übernommen, in der die Löslichkeit von Nb in ferritischen nichtrostenden Stählen untersucht wurde und Beziehungen für das Löslichkeitsprodukt von sowohl $\text{Fe}_3\text{Nb}_3\text{C}$ -Karbiden als auch Fe_2Nb -Laves-Phase ermittelt wurden.

Wie oben erwähnt, basiert der verwendete Modellierungsansatz auf der klassischen Theorie zur Keimbildung und -wachstum. Demnach stellt die Änderung der gesamten freien Enthalpie ΔG_{ges} die thermodynamische Triebkraft für Ausscheidungsvorgänge dar. Diese setzt sich aus mehreren Teilbeträgen zusammen: (i) die freie Bildungsenthalpie (freie Volumenenthalpie), ΔG_{V} , die sich aus der chemischen Übersättigung des Mischkristalls ergibt; (ii) die freie Enthalpie der Phasengrenzfläche Matrix/Ausscheidung, ΔG_{ph} ; (iii) die Einsparung freier Enthal-

pie bei Keimbildung an Gitterdefekten im Vergleich zu einer homogenen Keimbildung, ΔG_{Def} ; und (iv) die freie (mechanische) Gitterverzerrungsenthalpie, ΔG_{m} . Der letztgenannte Teilbeitrag wird bei einer heterogenen Ausscheidung an Gitterdefekten – im Vergleich zu einer homogenen Ausscheidung – deutlich reduziert. Die konkurrierende Ausscheidung an verschiedenen Gitterdefekten (Korn- und Subkorn Grenzen, Versetzungen), wie aus der Literatur für die Laves-Phasen-Ausscheidung in ferritischen nichtrostenden Stählen bekannt ist (Abschnitt 2.1.3.1), ließe sich unter Berücksichtigung der vom Gitterdefekt abhängigen Einsparung an Gitterverzerrungsenthalpie modellieren. In dieser Arbeit wurde jedoch – zwecks einer Reduzierung der Komplexität – angenommen, dass bei einer Ausscheidung an Versetzungen die Gitterverzerrungsenthalpie vergleichsweise geringe Werte annimmt und daher vernachlässigbar ist. Somit berechnet sich die gesamte freie Enthalpie zu

$$\Delta G_{\text{ges}} = \Delta G_{\text{V}} + \Delta G_{\text{Ph}} + \Delta G_{\text{Def}}. \quad (6.33)$$

Unter der vereinfachenden Annahme eines kugelförmigen Teilchens (engl. *particle*) mit dem Radius r_p berechnen sich die einzelnen Enthalpiebeträge zu [202, 208]:

$$\Delta G_{\text{V}} = \frac{4}{3} \pi r_p^3 \Delta g_{\text{V}}, \quad (6.34)$$

$$\Delta G_{\text{Ph}} = 4 \pi r_p^2 \gamma_{\text{Ph}}, \quad (6.35)$$

$$\Delta G_{\text{Def}} = -0,4 G b^2 r_p. \quad (6.36)$$

Dabei sind Δg_{V} die spezifische freie Volumenenthalpie (auf Einheitsvolumen der Ausscheidungen bezogen), γ_{Ph} die spezifische freie Phasengrenzflächenenthalpie zwischen Teilchen und Matrix (auf Einheitsfläche bezogen), für die der Wert $0,435 \text{ J/m}^2$ aus der Literatur (Sello *et al.* [33]) eingesetzt wurde, G der Schubmodul und b der Betrag des Burgers-Vektors.

Die Berechnung von Δg_{V} erfolgte in Anlehnung an [209, 210] unter Annahme eines idealen übersättigten Mischkristalls mit Hilfe der Beziehung

$$\Delta g_{\text{V}} = -\frac{RT}{V_{\text{m}}^{\omega}} \left[x_{\text{Nb}}^{\text{p}} \ln \left(\frac{x_{\text{Nb}}}{x_{\text{Nb}}^{\text{eq}}} \right) + (1 - x_{\text{Nb}}^{\text{p}}) \ln \left(\frac{1 - x_{\text{Nb}}}{1 - x_{\text{Nb}}^{\text{eq}}} \right) \right], \quad (6.37)$$

wobei V_{m}^{ω} das molare Volumen der Laves-Phase (siehe **Anhang B**), x_{Nb}^{p} der Nb-Stoffmengenanteil in der Ausscheidung ($x_{\text{Nb}}^{\text{p}} = 1/3$), x_{Nb} der momentane Stoffmengenanteil und $x_{\text{Nb}}^{\text{eq}}$ der Gleichgewichtsstoffmengenanteil des in der ferritischen Matrix gelösten Nb darstellen. Letzterer berechnet sich aus dem Löslichkeitsprodukt mit Hilfe von Gl. (6.32).

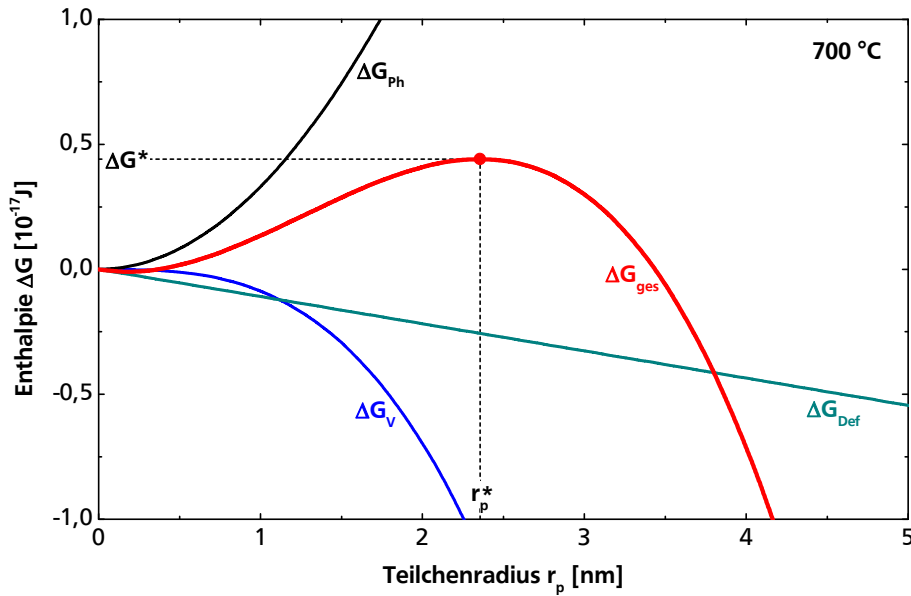


Bild 6.14: Errechnete Änderung der Anteile der freien Enthalpie ΔG mit dem Teilchenradius r_p bei 700 °C

Der kritische Keimradius r_p^* für die heterogene Keimbildung wird durch Bestimmung des Maximums der Funktion $\Delta G_{ges}(r_p)$ nach Gl. (6.33) berechnet. Aus $d(\Delta G_{ges})/dr_p = 0$ lässt sich die Beziehung

$$r_p^* = -\frac{\gamma_{ph}}{\Delta g_v} \left(1 + \sqrt{1 + \frac{\Delta g_v G b^2}{10 \pi \gamma_{ph}^2}} \right) \quad (6.38)$$

herleiten. Die freie Aktivierungsenthalpie ΔG^* , die die kritische Keimbildungsarbeit darstellt, folgt aus

$$\Delta G^* = \Delta G_{ges}(r_p^*). \quad (6.39)$$

Der mit Hilfe von Gln. (6.33) bis (6.37) errechneter Verlauf der Anteile der freien Enthalpie über dem Teilchenradius unter Verwendung der in **Tabelle 6.4** aufgeführten Werte der Modellparameter ist am Beispiel einer Temperatur von 700 °C in **Bild 6.14** gezeigt.

In dem vorliegenden Modell wird angenommen, dass der Prozess der Ausscheidung in zwei Stadien abläuft: (i) Keimbildung und -wachstum und (ii) Wachstum und Vergrößerung.

Keimbildung und -wachstum

Wenn N_p die Anzahl der Keime pro Einheitsvolumen darstellt, dann berechnet sich die Keimbildungsrate gemäß der klassischen Keimbildungstheorie (Volmer und Weber [203], Becker und Döring [204], Zeldovich [205]) unter Vernachlässigung einer Inkubationszeit mit Hilfe der Beziehung

$$\dot{N}_p \Big|_{\text{Keimbildung}} = N_0 Z \beta' \exp \left(- \frac{\Delta G^*}{k_B T} \right). \quad (6.40)$$

Dabei ist Z der Zeldovich-Faktor ($\approx 1/20$) und β' die Stoßrate der keimbildenden Atome, die sich in Anlehnung an Russel [211] zu

$$\beta' = \frac{4\pi r_p^{*2} D_G^{\text{Nb}} x_{\text{Nb}}}{a_0^2}. \quad (6.41)$$

berechnet. Die Größe a_0 ist der Gitterparameter der Matrix und D_G^{Nb} der Diffusionskoeffizient für Volumendiffusion von Niob, welches die „langsamste“ – das heißt, geschwindigkeitsbestimmende – Atomsorte in der Ausscheidung darstellt und der bekannten Arrhenius-Beziehung

$$D_G^{\text{Nb}} = D_{G,0}^{\text{Nb}} \cdot \exp \left(- \frac{Q_G^{\text{Nb}}}{RT} \right). \quad (6.42)$$

folgt. Für die Diffusionskonstante $D_{G,0}^{\text{Nb}}$ und die Aktivierungsenergie Q_G^{Nb} wurden die von Fridberg *et al.* [212] ermittelten Werte für die Volumendiffusion von Nb in α -Fe eingesetzt.

Der Parameter N_0 in Gl. (6.40) entspricht der Anzahl der vorhandenen Orte für die heterogene Keimbildung, die sich bei einer Ausscheidung an Versetzungen mit Hilfe folgender Beziehung nach Dutta [202] berechnen lässt:

$$N_0 = \frac{1}{2} \rho^{3/2}. \quad (6.43)$$

Die obige Gleichung gibt die Anzahl der Knoten in einem Versetzungsnetzwerk an [208]. Die (Gesamt-)Versetzungsdichte ρ berechnet sich im Rahmen des konstitutiven Werkstoffmodells mit Hilfe der Evolutionsgleichung (6.24).

Die Evolution des mittleren Teilchenradius folgt unter Berücksichtigung des Gibbs-Thomson-Effekts [213] aus

$$\dot{r}_p \Big|_{\text{Keimbildung}} = \frac{D_G^{\text{Nb}}}{R} \cdot \frac{x_{\text{Nb}} - x_{\text{Nb}}^{\text{eq}}(\infty) \exp(r_0/r_p)}{\alpha_p x_{\text{Nb}}^p - x_{\text{Nb}}^{\text{eq}}(\infty) \exp(r_0/r_p)} + \frac{1}{N_p} \dot{N}_p (\eta r_p^* - r_p), \quad (6.44)$$

wobei r_0 der sogenannte Kapillaritätsradius, $r_0 = (2\gamma_{\text{ph}} v_{\text{at}}^p) / (x_{\text{Nb}}^p k_B T)$, x_{Nb}^p den Stoffmengenanteil von Nb in der Laves-Phase und α_p das Verhältnis des mittleren Atomvolumens von Matrix zu Ausscheidungen ($\alpha_p = v_{\text{at}}^M / v_{\text{at}}^p$) darstellen. Die mittleren Atomvolumina (auch molekulare Volumina genannt) lassen sich auf Basis des Volumens der Elementarzelle, der molaren Masse, der Dichte und des molaren Volumens der jeweiligen Phase bestimmen. Das

Vorgehen ist im **Anhang B** aufgeführt. Der Faktor η wird eingeführt, um die Größe der neu gebildeten Keime zu beschreiben. Wachstumsfähige Keime müssen größer als Keime des kritischen Radius r_p^* sein. In Anlehnung an [202] wurde der Wert 1,05 für den Faktor η gewählt. Es ist anzumerken, dass das Eintreffen von dN_p neue Keime der Größe ηr_p^* inmitten der bereits existierenden Grundgesamtheit von Ausscheidungen der Größe r_p die Wachstumsrate modifiziert, was mit Hilfe des zweiten Terms auf der rechten Seite von Gl. (6.44) modelliert wird.

Wachstum und Vergrößerung

Sobald der mittlere und der kritische Teilchenradius näherungsweise die gleichen Werte annehmen, setzt der Vergrößerungsprozess ein. Die Evolutionsgleichungen für die Teilchendichte und -größe in diesem Stadium basieren auf der Lifshitz-Slyozov-Wagner-Theorie (LSW). Demnach gilt folgende Beziehung für die Wachstumsrate:

$$\dot{r}_p \Big|_{\text{Wachstum}} = \frac{4}{27} \cdot \frac{x_{\text{Nb}}^{\text{eq}}}{\alpha_p x_{\text{Nb}}^{\text{p}} - x_{\text{Nb}}^{\text{eq}}} \cdot \frac{r_0 D_{\text{eff}}^{\text{Nb}}}{r_p^2}. \quad (6.45)$$

Es gilt die Annahme, dass die Vergrößerung im vorliegenden Fall der Keimbildung an Versetzungen infolge der schnelleren Diffusion entlang des Versetzungskernes maßgeblich beeinflusst wird. Entsprechend wird ein effektiver Diffusionskoeffizient $D_{\text{eff}}^{\text{Nb}}$ anstelle des Diffusionskoeffizienten für die reguläre Gitterdiffusion in Gl. (6.45) eingesetzt. Der effektive Diffusionskoeffizient berechnet sich zu [202]

$$D_{\text{eff}}^{\text{Nb}} = D_{\text{V}}^{\text{Nb}} \pi r_{\text{V}}^2 \rho + D_{\text{G}}^{\text{Nb}} (1 - \pi r_{\text{V}}^2 \rho). \quad (6.46)$$

Dabei ist r_{V} der Radius des Versetzungskernes und D_{V}^{Nb} der Diffusionskoeffizient für Versetzungskerndiffusion, dessen Temperaturabhängigkeit mit Hilfe der Arrhenius-Beziehung

$$D_{\text{V}}^{\text{Nb}} = D_{\text{V},0}^{\text{Nb}} \cdot \exp\left(-\frac{Q_{\text{V}}^{\text{Nb}}}{RT}\right). \quad (6.47)$$

beschrieben wird.

Nach der LSW-Theorie gilt im Fall eines geringen Volumenanteils der ausgeschiedenen Phase die Massenbilanz-Gleichung

$$x_{\text{Nb}}^0 = x_{\text{Nb}} \left(1 - \alpha_p \frac{4}{3} \pi N_p r_p^3 \right) + \alpha_p \frac{4}{3} \pi N_p r_p^3 x_{\text{Nb}}^{\text{p}}. \quad (6.48)$$

Die Größe x_{Nb}^0 ist dabei der gesamte Niob-Stoffmengenanteil in der Legierung. Die Evolutionsgleichung für die Anzahl der Laves-Phasen-Teilchen im Wachstums- und Vergrößerungs-

stadium ergibt sich aus der Ableitung von Gl. (6.48) nach der Zeit und Kombination mit Gl. (6.45) zu

$$\dot{N}_p|_{\text{Wachstum}} = \frac{4}{27} \cdot \frac{x_{\text{Nb}}^{\text{eq}}}{\alpha_p x_{\text{Nb}}^p - x_{\text{Nb}}^{\text{eq}}} \cdot \frac{r_0 D_{\text{eff}}^{\text{Nb}}}{r_p^2} \left[\frac{r_0 x_{\text{Nb}} x_{\text{Nb}}^p}{r_p (x_{\text{Nb}}^p - x_{\text{Nb}})} \cdot \left(\frac{3}{4\pi r_p^3} - N_p \right) - 3N_p \right]. \quad (6.49)$$

Im Rahmen der numerischen Integration der oben aufgeführten Differentialgleichungen wird der gelöste Nb-Stoffmengenanteil x_{Nb} zu jedem Zeitpunkt mittels Gl. (6.48) neu bewertet.

Kontinuierlicher Übergang zwischen den Stadien

Um einen kontinuierlichen Übergang von dem Stadium der Keimbildung und des Keimwachstums zum Vergrößerungsstadium zu gewährleisten wurde ein Vergrößerungsfaktor f_{coars} (engl. *coarsening*) nach Perez *et al.* [214] eingeführt, der auch die Beschreibung der Ausscheidungsauflösung, d. h. für den Fall $r_p < r_p^*$, ermöglicht. Es gilt

$$f_{\text{coars}} = 1 - 1000 \cdot \left(\frac{r_p}{r_p^*} - 1 \right)^2. \quad (6.50)$$

Es erfolgt eine Gewichtung der Wachstumsraten $\dot{r}_p|_{\text{Keimbildung}}$ und $\dot{r}_p|_{\text{Wachstum}}$, so dass die Gesamtwachstumsrate \dot{r}_p aus der linearen Akkumulation

$$\dot{r}_p = f_{\text{coars}} \cdot \dot{r}_p|_{\text{Wachstum}} + (1 - f_{\text{coars}}) \dot{r}_p|_{\text{Keimbildung}} \quad (6.51)$$

berechnet wird. Analog ergibt sich die Änderung der Ausscheidungsanzahl zu

$$\dot{N}_p = \begin{cases} f_{\text{coars}} \cdot \dot{N}_p|_{\text{Wachstum}} & -\dot{N}_p|_{\text{Wachstum}} > \dot{N}_p|_{\text{Keimbildung}} \\ \dot{N}_p|_{\text{Keimbildung}} & -\dot{N}_p|_{\text{Wachstum}} < \dot{N}_p|_{\text{Keimbildung}} \end{cases} \quad (6.52)$$

Festigkeitsänderung infolge der Ausscheidung und Vergrößerung der Laves-Phase

Wie anfangs beschrieben stellen Laves-Phasen-Teilchen in der ferritischen Matrix, aufgrund ihrer inkohärenten Phasengrenzfläche, nicht abscherbare Hindernisse dar, die – ab einer bestimmten Teilchengröße – von Versetzungen nur mit Hilfe des Orowan-Mechanismus überwunden werden können. Ein Ansatz zur Modellierung der verfestigenden Wirkung von Ausscheidungen dieser Art ist in Anlehnung an Estrin [188]:

$$K_p^{\text{Laves}} = c_4 \frac{M G b}{\lambda_p^{\text{Laves}}}. \quad (6.53)$$

Dabei ist c_4 eine dimensionslose Proportionalitätskonstante und λ_p^{Laves} der mittlere Abstand zwischen den Teilchen (von Mittelpunkt zu Mittelpunkt) auf der Gleitebene, der von dem Volumenanteil f_v und der Teilchengröße r_p wie folgt zusammenhängt [48]:

$$\lambda_p^{\text{Laves}} \propto \frac{r_p}{\sqrt{f_v}}. \quad (6.54)$$

Der Teilchenradius und der Volumenanteil der Laves-Phase lassen sich direkt durch numerische Lösung der Evolutionsgln. (6.40), (6.44), (6.45) und (6.49) berechnen, wobei sich der Volumenanteil aus der volumenbezogenen Anzahl N_p ausgeschiedener kugelförmiger Teilchen des Volumens $4/3 \pi r_p^3$ zu

$$f_v = \frac{4}{3} \pi N_p r_p^3. \quad (6.55)$$

ergibt, und sich der Schleppspannungsanteil schließlich zu

$$K_p^{\text{Laves}} = c_4 \frac{2}{\sqrt{3}} M E b \sqrt{\pi N_p r_p}. \quad (6.56)$$

berechnen lässt.

Die Ausscheidung der Laves-Phase führt ferner zu einer Konzentrationsabnahme des in der ferritischen Matrix gelösten Nb, wodurch die mischkristallverfestigende Wirkung allmählich zurückgeht. Dieses Verhalten lässt sich – in Anlehnung an [188] – unter Annahme einer parabolischen Abhängigkeit des Mischkristallverfestigungsanteils $K_{\text{sol}}^{\text{Nb}}$ (engl. *solute*) vom augenblicklichen Wert des gelösten Nb-Stoffmengenanteils x_{Nb} mit Hilfe der Beziehung

$$K_{\text{sol}}^{\text{Nb}} = c_5 E b \sqrt{x_{\text{Nb}}}. \quad (6.57)$$

errechnen. Die beiden Schleppspannungsanteile (Ausscheidungs- und Mischkristallverfestigung) werden in diesem Modell linear akkumuliert.

Das Potenzial des vorgestellten Ansatzes liegt in der realitätsnahen Modellierung der Temperaturabhängigkeit des Ausscheidungsprozesses einschließlich der Auflösung – und der damit verbundenen Wiederherstellung der Werkstoffeigenschaften – bei Temperaturen oberhalb der Solvustemperatur. Dies ist insbesondere bei der Modellierung des Verformungsverhaltens unter TMF-Beanspruchung von Vorteil. Ein weiteres Potenzial stellt die Modellierung der verformungsinduzierten Ausscheidung dar. Sowohl das Keimbildungs- als auch das Vergrößerungsverhalten der Laves-Phase werden maßgeblich von der Höhe der plastischen Verformung beeinflusst. Diese starke Abhängigkeit kann mit Hilfe dieses Modellierungsansatzes abgebildet werden, wie in **Bild 6.15** anhand von repräsentativen Berechnungsergebnissen bei

700 °C für zwei typische Werte der Versetzungsdichte (10^{13} bis 10^{15} m^{-2}) gezeigt ist. Dargestellt ist die Änderung der Teilchengröße r_p , der Teilchendichte N_p sowie der Anteil an Ausscheidungsverfestigung K_p und Mischkristallverfestigung K_{sol} mit der Zeit. Für die Berechnungen wurden die in **Tabelle 6.4** aufgeführten Werte der Modellparameter verwendet.

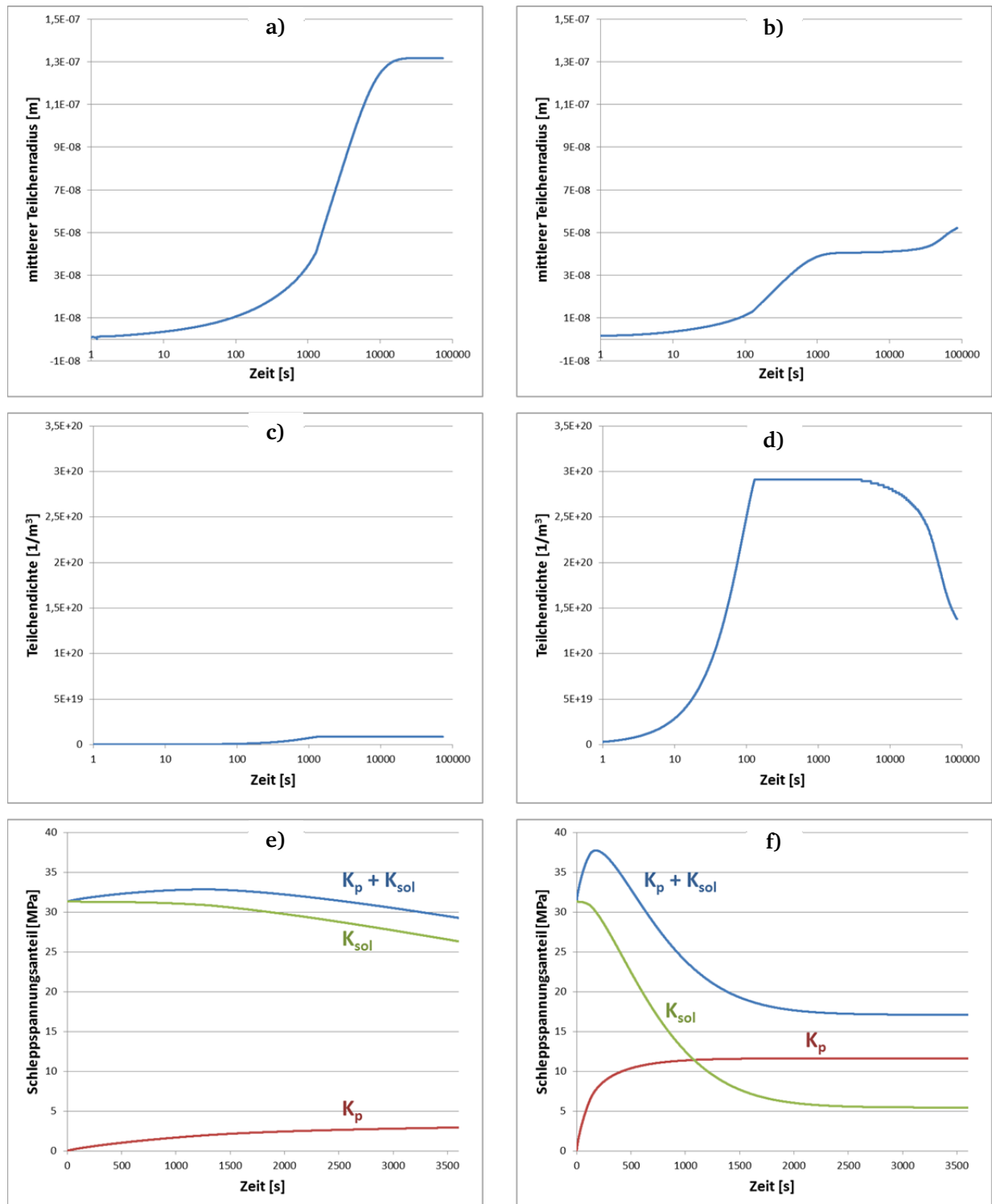


Bild 6.15: Errechnete Verläufe der mittleren Teilchengröße (a, b), der Teilchendichte (c, d) und der Schleppspannungsanteile K_p und K_{sol} (e, f) über der Auslagerungszeit bei 700 °C und für eine Versetzungsdichte von 10^{13} m^{-2} (a, c, e) und 10^{15} m^{-2} (b, d, f)

Die Überlagerung von Mischkristall- und Ausscheidungsverfestigung stellt eine Möglichkeit dar, das komplexe zeitabhängige Entfestigungsverhalten des Werkstoffs 1.4509 abzubilden, so wie dieses experimentell beobachtet wurde. Dies lässt sich den qualitativen Verläufen in Bild 6.15e und Bild 6.15f entnehmen.

Tabelle 6.4: Parameter zur Modellierung der Verfestigung bzw. Entfestigung infolge der verformungsinduzierten Ausscheidung und Vergrößerung der Laves-Phase Fe_2Nb

Modellparameter	Beschreibung	Wert
A	Konstanten in der Beziehung für das Löslichkeitsprodukt der Laves-Phase vom Typ Fe_2Nb , Gl.(6.32), Werte aus [206]	-8704,4
B		0,5469
γ_{ph}	spezifische freie Phasengrenzflächenenthalpie, Wert aus [33]	0,435 J/m ²
V_{m}^{ω}	Molvolumen, Laves-Phase (ω), s. Anhang B	$2,397 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3/\text{mol}$
v_{at}^{ω}	molekulares Volumen, Laves-Phase (ω), s. Anhang B	$3,980 \cdot 10^{-29} \text{ m}^3$
V_{m}^{α}	Molvolumen, ferritische Matrix (α), s. Anhang B	$7,118 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol}$
v_{at}^{α}	molekulares Volumen, ferritische Matrix (α), s. Anhang B	$1,182 \cdot 10^{-29} \text{ m}^3$
a_0	Gitterparameter, α -Ferrit (krz)	$2,870 \cdot 10^{-10} \text{ m}$
$D_{\text{G},0}^{\text{Nb}}$	Diffusionskonstante für Volumendiffusion von Nb in α -Fe [212]	$1,5 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$
Q_{G}^{Nb}	Aktivierungsenergie für Volumendiffusion von Nb in α -Fe [212]	240 kJ/mol
$D_{\text{V},0}^{\text{Nb}}$	Diffusionskonstante für Versetzungskernndiffusion von Nb in α -Fe [212]	$1,5 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2/\text{s}$
Q_{V}^{Nb}	Aktivierungsenergie für Versetzungskernndiffusion von Nb in α -Fe [212]	180 kJ/mol
x_{Nb}^0	Gesamtwert des Nb-Stoffmengenanteils (aus thermodynamischen Berechnungen nach Sello [32])	$2,83 \cdot 10^{-3} \text{ mol/mol}$
x_{Nb}^{p}	Nb-Stoffmengenanteil in der Laves-Phase	1/3 mol/mol
c_4	Parameter in Gl. (6.56), Ausscheidungsverfestigung	0,02
c_5	Parameter in Gl. (6.57), Mischkristallverfestigung	0,003

6.2 Modellierung der Lebensdauer und Validierung

In diesem Abschnitt werden die Arbeiten zur Lebensdauermodellierung vorgestellt. Bedingt durch die für den untersuchten Werkstoff hohen Anwendungstemperaturen war zu erwarten, dass neben der reinen Ermüdungsschädigung, thermisch aktivierte, in der Mikrostruktur ablaufende Prozesse, die Lebensdauer unter thermomechanischer Beanspruchung maßgeblich beeinflussen. Daher wurde in dieser Arbeit das Modell nach Neu und Sehitoglu ausgewählt, welches Einflüsse von Ermüdungsrissinitiierung und -wachstum (*fat*), Einflüsse von Kriechprozessen (*creep*) und Einflüsse der Oxidation (*ox*) in einen akkumulativen Ansatz berücksichtigt. Im Folgenden werden die erforderlichen Arbeitsschritte zur Parameteridentifizierung und die Ergebnisse der Nachrechnung von Validierungsversuchen beschrieben. Weiterhin wird auf einen Ansatz zur Erweiterung des Modells nach Neu und Sehitoglu um einen Term zur Berücksichtigung des Einflusses dynamischer Reckalterungsprozesse eingegangen. Die experimentellen Ergebnisse zum Anrissverhalten (siehe Abschnitte 5.4.1.2 und 5.4.2.2) zeigen, dass das Phänomen der Reckalterung zu einer nicht vernachlässigbaren Lebensdauerabsenkung bei isothermer Ermüdungsbeanspruchung im mittleren Anwendungstemperaturbereich führt, was eine entsprechende Erweiterung des Lebensdauermodells motivierte.

6.2.1 Modell nach Neu und Sehitoglu

In diesem Abschnitt wird zunächst die Anpassung der Modellparameter für den Fall isothermer Ermüdungsbeanspruchung behandelt. Hierzu wurden die Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen zu den statischen Werkstoffeigenschaften, zum Kriech- und Oxidationsverhalten sowie zu den Eigenschaften unter zyklischer Beanspruchung herangezogen, die im Kapitel 5 vorgestellt wurden. Anschließend wird der allgemeine Fall der thermomechanischen Beanspruchung beschrieben.

Im Folgenden wird das Formelzeichen N_i für die Anrisswechselzahl bei einem experimentell ermittelten Abfall der Maximallast von 5 %, N_{i5} , verwendet. Der reziproke Wert der Anrisswechselzahl entspricht der zyklusbezogenen Gesamtschädigung D^{tot} ($D^{\text{tot}} = 1/N_i$).

Term für Ermüdungsschädigung D^{fat}

Die Parameter σ'_f/E , b , ϵ'_f und c zur Berechnung des Ermüdungsschädigungsanteils gemäß Gl. (2.38) wurden anhand der LCF-Versuchsergebnisse bei Raumtemperatur und 300 °C (Rohr- und Flachproben) nach Auswertung der elastischen und plastischen Dehnschwingbreiten bei halber Anrisswechselzahl $N_i/2$ ermittelt. Die identifizierten Modellparameter fasst **Tabelle 6.5** zusammen. Die somit errechnete Kennlinie, die eine obere Grenze der Lebensdauer unter niederzyklischer Beanspruchung darstellt, zeigt **Bild 6.16**.

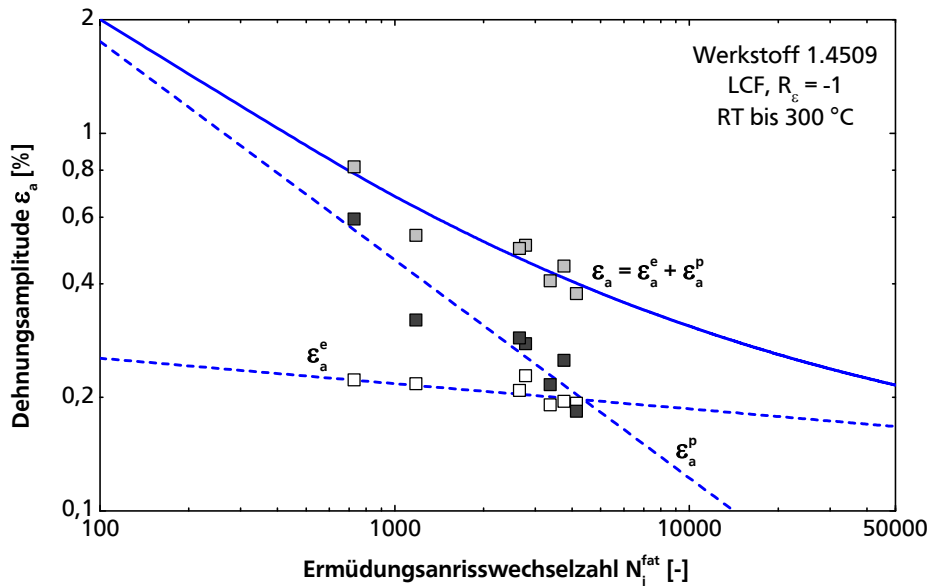


Bild 6.16: Anpassung der Parameter für Ermüdungsschädigung D^{fat} an experimentellen Anrisslebensdauern bei Raumtemperatur und 300 °C, elastische Dehnungsamplitude ε_a^e , plastische Dehnungsamplitude ε_a^p , Gesamtdehnungsamplitude ε_a , Anrisswechselzahl infolge Ermüdungsschädigung N_i^{fat}

Tabelle 6.5: Identifizierte Parameter für Ermüdungsschädigung

Modellparameter	Beschreibung	Wert
σ_f'/E	Ermüdungsfestigkeitskoeffizient bezogen auf Elastizitätsmodul	0,3614 %
b	Ermüdungsfestigkeitsexponent	-0,067
ε_f'	Ermüdungsduktilitätskoeffizient	37,445 %
c	Ermüdungsduktilitätsexponent	-0,578

Term für Oxidationsschädigung D^{ox}

Zwecks der Anpassung der Modellparameter an Daten aus isothermen Versuchen lässt sich eine Vereinfachung der im Abschnitt 2.3.2 aufgeführten Modellgleichungen vornehmen. Im Fall isothermer Beanspruchung ($\dot{\varepsilon}_{\text{th}} = 0$) gilt für den Phasenfaktor gemäß Gln. (2.45) und (2.46):

$$\Phi^{\text{ox}} = \phi^{\text{ox}} = \exp\left(-\frac{1}{2 \cdot \xi_{\text{ox}}^2}\right) = \text{const.}, \quad (6.58)$$

und für die effektive Oxidationskonstante gemäß Gl. (2.41):

$$K_p^{\text{eff}} = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q_{\text{ox}}}{R \cdot T}\right) = k'_p. \quad (6.59)$$

Die effektive Oxidationskonstante K_p^{eff} entspricht somit im isothermen Fall der schichtdickenbezogenen parabolischen Oxidationskonstante k'_p . Die experimentelle Ermittlung dieser Konstante wurde im Abschnitt 5.5 behandelt.

Durch Einsetzen von Gln. (6.58) und (6.59) in Gl. (2.47) vereinfacht sich die Modellgleichung zur Berechnung der zyklusbezogenen Oxidationsschädigung für den Fall isothermer Ermüdungsbeanspruchung zu

$$\frac{1}{N_f^{\text{ox}}} = \left[\frac{h_{\text{cr}} \cdot \delta_0}{B \cdot \exp\left(-\frac{1}{2\xi_{\text{ox}}^2}\right) \cdot D_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q_{\text{ox}}}{RT}\right)} \right]^{-1/\beta} \cdot \frac{2 \cdot (\Delta \epsilon_{\text{mech}})^{(2/\beta)+1}}{\dot{\epsilon}_{\text{mech}}^{1-(a/\beta)}}. \quad (6.60)$$

Die zur Modellierung des Oxidationseinflusses verwendeten Parameter sind in **Tabelle 6.6** aufgeführt. Die Bestimmung der Aktivierungsenergie für Oxidation Q_{ox} und des präexponentiellen Faktors D_0 erfolgte auf Basis der aus isothermen Oxidationsversuchen ermittelten massebezogenen parabolischen Oxidationskonstanten und wurde im Abschnitt 5.5 beschrieben. Die Größe h_{cr} stellt die kritische Risslänge dar, oberhalb derer der Einfluss der Oxidation auf das Risswachstum aufgrund hoher Rissfortschrittsraten vernachlässigbar ist. Diese wurde näherungsweise anhand von lichtmikroskopischen Untersuchungen ermittelt (Abschnitt 5.6). Dabei konnte nachgewiesen werden, dass bei Anrisslängen von bis zu etwa 400 μm mit einem Einfluss der Oxidation auf das Mikrorisswachstum zu rechnen ist. Für die Konstanten a , β und B wurden Literaturwerte übernommen, die für die Bewertung der Oxidationsschädigung in einem unlegierten Federstahl AISI 1070 [148] sowie in den Nickelbasislegierungen MAR-M 247 [135] und IN718 [162] erfolgreich eingesetzt wurden. Die Konstanten δ_0 und ξ_{ox} wurden in dieser Arbeit als anpassbare Parameter behandelt.

Tabelle 6.6: Identifizierte Parameter für Oxidationsschädigung

Modellparameter	Beschreibung	Wert
Q_{ox}	Aktivierungsenergie für parabolisches Oxidschichtwachstum	233 kJ/mol
D_0	präexponentieller Faktor	$8,51 \cdot 10^5 \mu\text{m}^2/\text{s}$
a	Werkstoffkonstante [148]	0,75
β	Werkstoffkonstante [148]	1,5
B	Werkstoffkonstante [148]	$6,62 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-0,5}$
δ_0	Werkstoffkonstante	$2,1 \cdot 10^{-9} \mu\text{m}/\text{s}^{0,75}$
h_{cr}	Kritische Risslänge	400 μm
ξ^{ox}	Formfaktor	2,2

Term für Kriechschädigung D^{creep}

Zur Bewertung der Kriechschädigung wurde in dieser Arbeit – und in Anlehnung an [155] – ausschließlich der gesättigte Werkstoffzustand betrachtet. Mit dieser Vereinfachung lässt sich die Rückspannung, die unter Kriechbeanspruchung der Beschreibung des transienten Kriechverhaltens dient, näherungsweise zu Null setzen. In gleicher Weise lässt sich die Schleppspannung auf ihren temperaturabhängigen Sättigungswert setzen ($K = K_{\text{sat}}$). Ferner gilt die Annahme, dass keine Kriechschädigung unter Druckbelastung akkumuliert wird, wofür sich im Fall einachsialer Belastung die Skalierungsfaktoren in Gl. (2.50), die die Modellierung einer asymmetrischen Kriechschädigung hinsichtlich des Vorzeichens der Spannung ermöglichen, zu $\alpha_1 = 1/3$ und $\alpha_2 = 1$ ergeben.

Wie oben beschrieben ist im Rahmen der Parameteranpassung an Experimenten bei konstanter Temperatur zweckmäßig, die Modellgleichungen zunächst in ihrer „isothermen Form“ zu behandeln. Dahingehend lässt sich der Phasenfaktor für Kriechschädigung gemäß Gln. (2.52) und (2.53) zu

$$\Phi^{\text{creep}} = \phi^{\text{creep}} = \exp\left(-\frac{1}{2 \cdot \xi_{\text{creep}}^2}\right) = \text{const.} \quad (6.61)$$

vereinfachen.

Im Fall einachsialer Belastung gilt für die hydrostatische Spannung gemäß Gl. (2.51) $\sigma_H = \sigma/3$ und für den Vergleichswert der Überspannung gemäß Gl. (2.28) $\bar{\sigma} = |\sigma|$. Somit – und unter Berücksichtigung der oben beschriebenen Annahmen bzw. Vereinfachungen – lässt sich auf Basis von Gl. (2.54) die zyklusbezogene Kriechschädigung für den Spezialfall isothermer, einachsialer Belastung anhand der Beziehung

$$\frac{1}{N_f^{\text{creep}}} = A \cdot \exp\left(-\frac{1}{2 \cdot \xi_{\text{creep}}^2}\right) \cdot \exp\left(-\frac{Q_c}{R \cdot T}\right) \cdot \int_0^{t_c} \left(\frac{1}{3} \cdot \frac{|\sigma| + \sigma}{K_{\text{sat}}}\right)^m dt \quad (6.62)$$

berechnen. Zur Berechnung der Spannung σ ist der Einsatz eines Verformungsmodells erforderlich. In dieser Arbeit wurde hierfür der dreiparametrische Ansatz nach Ramberg und Osgood gemäß Gl. (5.10) zur phänomenologischen Beschreibung der zyklisch stabilisierten Fließkurve verwendet (Abschnitt 5.4).

Die Bestimmung der Aktivierungsenergie für Kriechen Q_c erfolgte auf Basis von Kriechversuchen und ist im Abschnitt 5.3 beschrieben. Die Konstanten A , m und ξ_{creep} wurden in dieser Arbeit als anpassbare Parameter behandelt. Die verwendeten Modellparameter zur Bewertung des Kriechschädigungseinflusses fasst **Tabelle 6.7** zusammen.

Tabelle 6.7: Identifizierte Parameter für Kriechschädigung

Modellparameter	Beschreibung	Wert
Q_c	Aktivierungsenergie für Kriechen	290 kJ/mol
A	Werkstoffkonstante	$2,09 \cdot 10^{13} \text{ s}^{-1}$
m	Werkstoffkonstante	7,3
α_1	Skalierungsfaktor für den Vergleichswert der Überspannung	1/3
α_2	Skalierungsfaktor für den hydrostatischen Spannungsanteil	1
ξ^{creep}	Formfaktor	4,8
K	Schleppspannung	K_{sat} , Gl. (6.20)

6.2.2 Nachrechnung der isothermen Ermüdungsversuche

Das Ergebnis der Modellanpassung an die isothermen LCF-Versuche an Flachproben zeigt **Bild 6.17**. Dargestellt ist ein Anrisschaubild mit errechneten Dehnung-Wöhler-Linien für eine konstante Dehnrates von 0,6 %/min und für Temperaturen zwischen RT und 800 °C. Die entsprechenden, experimentell ermittelten Lebensdauern aus LCF-Versuchen an Flachproben sind als Symbole eingetragen. Die gestrichelte Linie entspricht der Dehnung-Wöhler-Linie in Bild 6.16, die eine obere Grenze der Lebensdauer für den Werkstoff 1.4509 darstellt. Die Anrisslebensdauer der Experimente im oberen Temperaturbereich (650, 700 und 800 °C) lässt

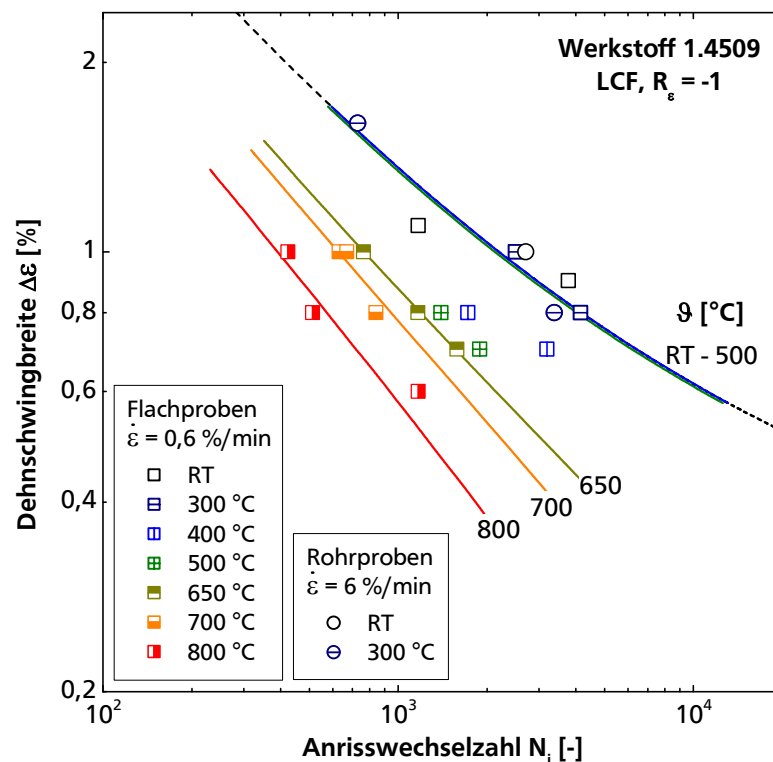


Bild 6.17: Anrisschaubild mit errechneten Werten der Anrisswechselzahl aus dem Modell nach Neu und Sehitoglu, Gln. (6.58) bis (6.62), Dehnungsgeschwindigkeit: 0,6 %/min, Temperaturbereich: RT bis 800 °C

sich mit einer hohen Übereinstimmung nachrechnen. Andererseits zeigen sich im mittleren Temperaturbereich größere Abweichungen. Das Modell ist nicht in der Lage, die experimentell ermittelte Lebensdauerreduzierung bei 400 und 500 °C bezogen auf der oberen Lebensdauerergrenze richtig abzubilden. Die errechneten Lebensdauerwerte liegen bis etwa 500 °C alle nahezu auf der oberen Lebensdauerergrenze. Dies ist darauf zurückzuführen, dass bei Temperaturen von 500 °C und niedriger – in Übereinstimmung mit metallographischen Befunden (Abschnitt 5.6) – vernachlässigbare Kriech- und Oxidationsschädigungsanteile vorhergesagt werden, so dass die reine Ermüdungsschädigung die Lebensdauer in diesem Temperaturbereich dominiert. Dieses Verhalten lässt sich mittels der Analyse der rechnerischen Schädigungswerte pro Zyklus in Abhängigkeit von Temperatur und Beanspruchungshöhe aufklären. Der Verlauf der errechneten zyklusbezogenen Schädigungswerte für Ermüdung (D^{fat}), Kriechen (D^{creep}) und Oxidation (D^{ox}) sowie der zyklusbezogenen Gesamtschädigung (D^{tot}) ist in Abhängigkeit von der mechanischen Dehnschwingbreite in **Bild 6.18** für LCF-Versuche an Flachproben bei verschiedenen Temperaturen und einer Dehnrage von 0,6 %/min dargestellt. Insgesamt zeigen die vorhergesagten Verläufe der Schädigungswerte eine akzeptable Korrelation mit den Versuchsergebnissen. Dabei wurden die experimentell ermittelten Gesamtschädigungswerte aus dem reziproken Wert der Anrisswechselzahl gebildet ($D = 1/N_i$). Für N_i wurde dabei jeweils die im LCF-Versuch erzielte Anrisswechselzahl eingesetzt. Im Temperaturbereich zwischen 650 und 800 °C erweist sich Kriechen als der dominierende Schädigungsmechanismus, was

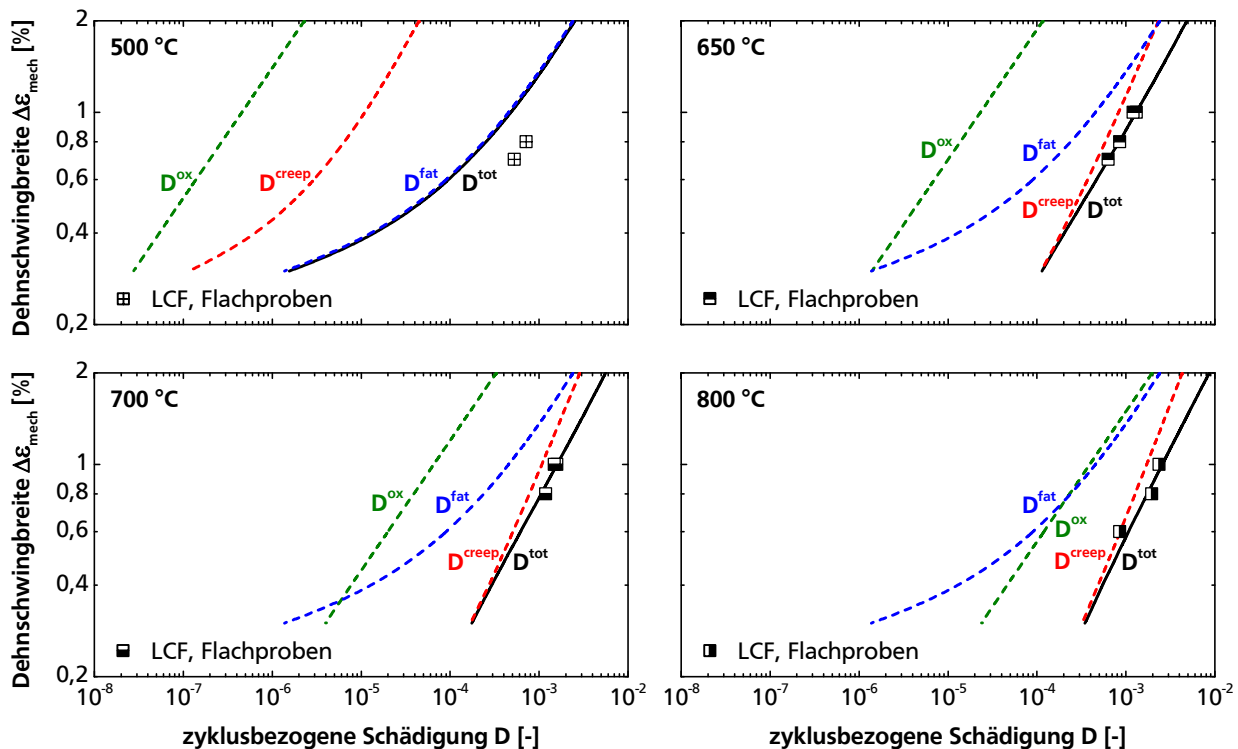


Bild 6.18: Anteile der zyklusbezogenen Ermüdungs-, Kriech- und Oxidationsschädigung an der zyklusbezogenen Gesamtschädigung aus LCF-Versuchen an Flachproben bei 500, 650, 700 und 800 °C, Werkstoff 1.4509, niedrige Dehnrage von 0,6 %/min, $R_\epsilon = -1$

insbesondere bei niedrigen mechanischen Dehnungen gilt. Wie oben erwähnt, ist bei Temperaturen unterhalb 500 °C Ermüdung der dominierende Schädigungsmechanismus. Die Anteile der Oxidationsschädigung sind bei 500 und 650 °C für die betrachteten Dehnschwingbreiten sowie Dehnraten sehr niedrig. Ein deutlicher Beitrag der Oxidation lässt sich erst bei 800 °C feststellen, wobei der mittlere Anteil bei etwa 15 % der Gesamtschädigung liegt.

Bild 6.19 zeigt den errechneten Verlauf der normierten Kriechschädigung in Abhängigkeit von der normierten Ermüdungsschädigung für mechanische Dehnschwingbreiten zwischen 0,3 und 2 % bei 500, 650, 700 und 800 °C (durchgezogene Kurven). Die gestrichelte Kurve in diesem Diagramm stellt den theoretischen Verlauf der Schadensaufteilung für $D^{\text{ox}} = 0$ dar. Bei 650 und 700 °C ist die Oxidationsschädigung vergleichsweise gering, so dass die Isothermen in dieser Auftragung nahezu deckungsgleich sind. Die 800 °C-Kurve liegt entsprechend der höheren Oxidationsanteile bei dieser Temperatur auf einem niedrigeren Niveau.

Die Lebensdauerabschätzung in Abhängigkeit von der Dehnrade ist am Beispiel isothermer LCF-Beanspruchung bei 650 °C mit Hilfe der Auftragung der mechanischen Dehnschwingbreite über der Schädigung in **Bild 6.20** dargestellt. Der errechnete Verlauf der Kriechschädigung liegt bei der niedrigen Dehnrade von 0,6 %/min erwartungsgemäß bei höheren Werten, wodurch die Dehnratenabhängigkeit der Gesamtschädigung richtig abgebildet wird.

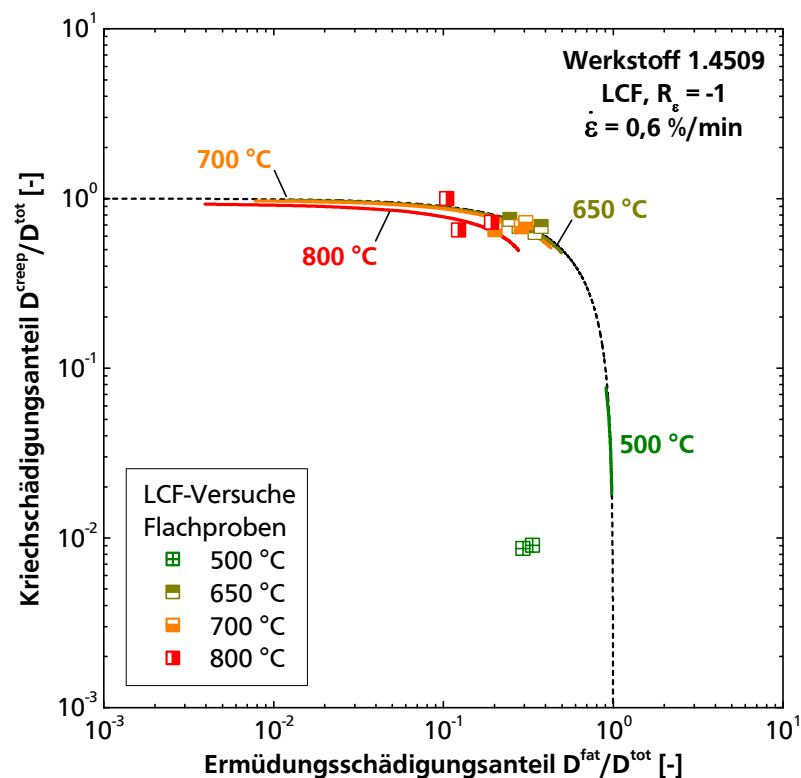


Bild 6.19: Aufteilung der errechneten zyklusbezogenen Schädigung für Kriechen und Ermüden bezogen auf die Gesamtschädigung D^{tot} , LCF-Versuche an Flachproben bei 500, 650, 700 und 800 °C

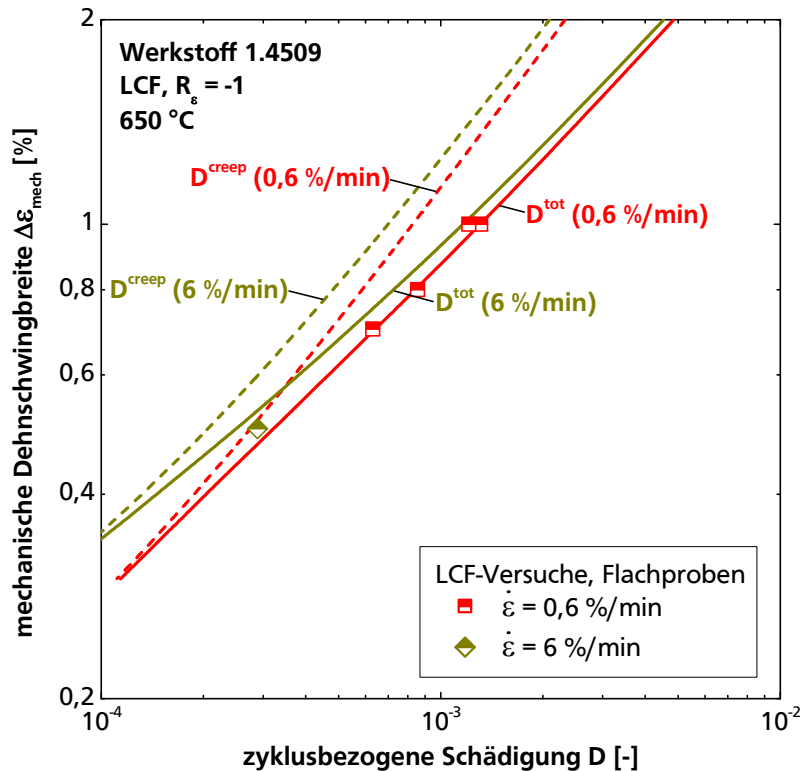


Bild 6.20: Dehnratenabhängigkeit der zyklusbezogenen Kriechschädigung D^{creep} und der zyklusbezogenen Gesamtschädigung D^{tot} für isotherme LCF-Beanspruchung bei 650 °C

6.2.3 Lebensdauerabschätzung unter TMF-Beanspruchung und Bewertung

Zur Abschätzung der Lebensdauer unter thermomechanischer Beanspruchung, d.h. bei zeitlich veränderlicher Temperatur und mechanischer Belastung, ist die Berechnung der einzelnen Integrationsterme in den Modellgleichungen erforderlich. Im Einzelnen handelt es sich hierbei um die Phasenfaktoren für Kriechen und Oxidation (Φ^{creep} und Φ^{ox}), die effektive parabolische Oxidationskonstante K_p^{eff} , sowie den Arrhenius-Term in der Kriechschädigungsgleichung. Hierzu wurde das Modell so implementiert, dass die Integrationsterme näherungsweise über numerische Quadratur gelöst werden.

Zur Validierung des Lebensdauermodells wurden drei IP-TMF-Versuche an Rohrproben nachgerechnet, die am Fraunhofer IWM durchgeführt wurden. Dabei handelt es sich um Versuche mit zeitlich veränderlicher mechanischer Dehnrates. Dieser Fall wird in der Oxidationsschädigungsgleichung nach Neu und Sehitoglu, Gl. (2.47), explizit nicht berücksichtigt. Um mit diesem Fall umgehen zu können, wurde eine effektive mechanische Dehnrates eingeführt, die wie folgt definiert wurde:

$$\dot{\epsilon}_{\text{mech}}^{\text{eff}} = \frac{1}{t_c} \int_0^{t_c} |\dot{\epsilon}_{\text{mech}}(t)| dt. \quad (6.63)$$

Somit lässt sich die Oxidationsschädigung nach Gl. (2.47) folgendermaßen formulieren:

$$\frac{1}{N_f^{\text{ox}}} = \left[\frac{h_{\text{cr}} \cdot \delta_0}{B \cdot \Phi^{\text{ox}} \cdot K_p^{\text{eff}}} \right]^{-1/\beta} \cdot \frac{2 \cdot (\Delta \varepsilon_{\text{mech}})^{2/(\beta+1)}}{(\dot{\varepsilon}_{\text{mech}}^{\text{eff}})^{(1-a/\beta)}} \quad (6.64)$$

Für die nachgerechneten TMF-Versuche lassen sich mit Hilfe von Gl. (6.63) effektive mechanische Dehnraten im Bereich von $2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ bis $1 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ errechnen.

Das Ergebnis der Nachrechnung mit dem Modell nach Neu und Sehitoglu ist in **Bild 6.21** gezeigt. Dabei ist die berechnete Anrisslebensdauer N_i^* über der experimentell ermittelten Anrisslebensdauer N_i aufgetragen. Die nachgerechneten Anrisswechselzahlen liegen zu etwa 90 % in einem Streuband mit dem Faktor 2,5. Die Nachrechnung liefert tendenziell nicht konservative Ergebnisse.

Das Potential des Modells nach Neu und Sehitoglu liegt in der Lebensdauervorhersage bei verschiedenen Dehnraten sowie unter thermomechanischer Beanspruchung mit beliebiger Zeit-Temperatur-Geschichte (IP, OP und andere). Ein weiterer Vorteil liegt in der Ermittlung rechnerischer Schadensanteile für Ermüden, Oxidation und Kriechen. Die Wechselwirkung ist in dem Ansatz nach Neu und Sehitoglu nicht direkt formuliert. Jedoch bilden sich bei unterschiedlichen Belastungsmustern, also Temperatur und Beanspruchungshöhe (Dehnungsschwingbreite), Fälle mit eher dominierender Kriechschädigung bzw. Ermüdungsschädigung aus, wie die Auswertungen in **Bild 6.18**, **Bild 6.19**, und **Bild 6.20** zeigen.

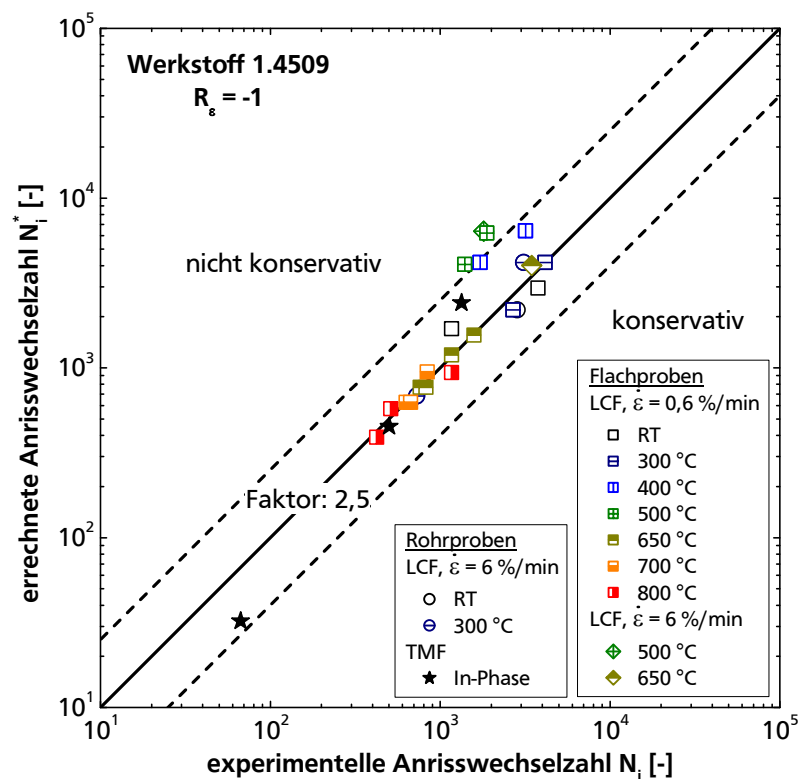


Bild 6.21: Mit dem Lebensdauermodell nach Neu und Sehitoglu errechnete Anrisswechselzahl N_i^* im Vergleich zu Versuchsergebnissen N_i

6.2.4 Modellierung des Einflusses dynamischer Reckalterung

Wie im vorherigen Abschnitt beschrieben, werden die Versuchsergebnisse mit dem Modell nach Neu und Sehitoglu insgesamt in akzeptabler Weise abgeschätzt. Lediglich die Lebensdauer der Versuche bei 400 und 500 °C wird nicht konservativ bewertet. Der Einfluss der dynamischen Reckalterung auf Verformung und Schädigung des ferritischen Blechwerkstoffes 1.4509 im mittleren Temperaturbereich zwischen etwa 300 und 600 °C konnte auf Basis der experimentellen Untersuchungen zum quasistatischen Kurzzeitverhalten sowie zum isothermen Ermüdungsverhalten nachgewiesen werden.

Wie im Abschnitt 2.2.3.2 dargestellt, ist die dynamische Reckalterung ein thermisch aktivierter Prozess, welcher einerseits von der temperaturabhängigen Diffusionsgeschwindigkeit der beteiligten Fremdatomen und andererseits von der bei einer bestimmten Dehnrates sich einstellenden Versetzungsgeschwindigkeit bestimmt ist. Die Herausforderung bei der Modellierung des Reckalterungseinflusses liegt entsprechend in der mathematischen Beschreibung des Temperatur- und Dehnratenbereichs für das Auftreten dieses Phänomens. In dieser Arbeit wurde hierzu ein phänomenologischer Ansatz basierend auf einem Arrhenius-Gesetz gemäß Gl. (2.22) und der Verwendung von charakteristischen Aktivierungsenergien herangezogen. Demnach lassen sich die Bedingungen – Temperatur und Dehnrates – für das Einsetzen und Verschwinden sowie für das Maximum an dynamischer Reckalterung mit der Energie Q wie folgt in Zusammenhang bringen:

$$Q = \ln \left(\frac{\dot{\epsilon}_0}{\dot{\epsilon}} \right) \cdot R \cdot T. \quad (6.65)$$

Dabei ist $\dot{\epsilon}$ die mechanische Dehnrates, $\dot{\epsilon}_0$ der sogenannte Frequenzfaktor, T die absolute Temperatur und R die allgemeine Gaskonstante.

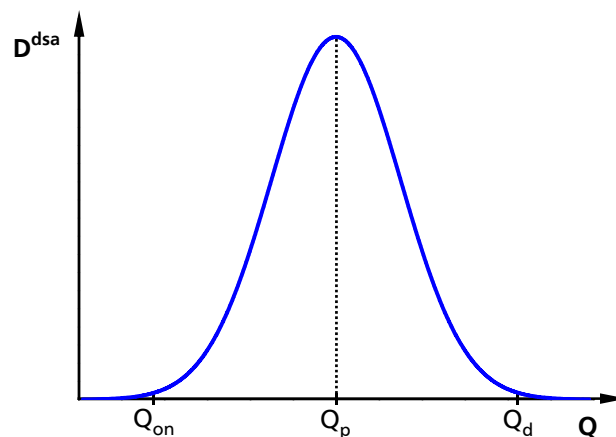


Bild 6.22: Zusammenhang zwischen dem zyklusbezogenen Schädigungsbeitrag der dynamischen Reckalterung D^{dsa} und der scheinbaren Aktivierungsenergie Q (schematisch), Gauß'sche Normalverteilungsfunktion

Der Einfachheit halber wird in Gl. (6.65) nicht die plastische Dehnrage sondern die Gesamtdehnrage einbezogen. Ferner wird der Frequenzfaktor – welcher u. a. von der plastischen Dehnung abhängt (siehe Abschnitt 2.2.3.2) – als konstant angenommen. Eine Abhängigkeit von der Höhe der plastischen Dehnung wird in dem vorliegenden Ansatz dennoch berücksichtigt, wie weiter unten beschrieben wird.

Die Erweiterung des Lebensdauermodells basiert auf der Vorstellung, dass es eine direkte Korrelation zwischen der schädlichen Wirkung der dynamischen Reckalterung und den charakteristischen Aktivierungsenergien besteht. Dieses Verhalten lässt sich mit Hilfe einer Gauß'schen Normalverteilungsfunktion beschreiben, deren Maximum bei der Aktivierungsenergie für das Maximum an dynamischer Reckalterung Q_p (engl. *peak*) liegt (Bild 6.22). Somit lässt sich für den isothermen Fall die Beziehung

$$D^{dsa} \propto \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\ln \frac{\dot{\epsilon}_0}{\dot{\epsilon}} \cdot R \cdot T - Q_p}{\zeta^{dsa} \cdot (Q_d - Q_{on})} \right)^2 \right] \quad (6.66)$$

definieren, wobei D^{dsa} der zyklusbezogene Schädigungsbeitrag dynamischer Reckalterung, Q_{on} und Q_d jeweils die charakteristische (scheinbare) Aktivierungsenergie für das Einsetzen (engl. *onset*) und Verschwinden (engl. *disappearance*) des dynamischen Reckalterungseffektes darstellen. Mit Hilfe des Formfaktors ζ^{dsa} lässt sich die Energieempfindlichkeit des Reckalterungseinflusses abbilden. An dieser Stelle ist anzumerken, dass die Wahl einer Normalverteilungsfunktion zur Bewertung der Energieabhängigkeit des Reckalterungseffektes heuristisch getroffen wurde. Dennoch lässt sich hiermit der Einfluss dieses Phänomens auf das Lebensdauerverhalten erfassen und eine deutliche Verbesserung in der Lebensdauerbewertung erzielen, wie weiter unten erläutert wird.

Für das Auftreten dynamischer Reckalterungsprozesse ist die durch plastische Verformung bedingte Bewegung von Versetzungen erforderlich. Damit geht eine Abhängigkeit von der Höhe der plastischen Verformung einher, welche in dem vorliegenden Ansatz durch Multiplikation von Gl. (6.66) mit dem Vorfaktor $(\Delta \epsilon_{mech}^p)^{c'}$ beschrieben wird. Somit lässt sich für den zyklusbezogenen Schädigungsbeitrag der dynamischen Reckalterung für isotherme Ermüdungsbeanspruchung die Beziehung

$$D^{dsa} = f(\Delta \epsilon_{mech}^p, \dot{\epsilon}, T) = A' \cdot (\Delta \epsilon_{mech}^p)^{c'} \cdot \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\ln \frac{\dot{\epsilon}_0}{\dot{\epsilon}} \cdot R \cdot T - Q_p}{\zeta^{dsa} \cdot (Q_d - Q_{on})} \right)^2 \right] \quad (6.67)$$

schreiben. Mit Hilfe der Konstante A' lässt sich die Amplitude der Gauß'schen Kurve und somit die Höhe des Schädigungsbeitrags skalieren.

Die zyklusbezogenen Schädigungsbeiträge der vier Mechanismen Ermüdung, Oxidation, Kriechen und dynamische Reckalterung werden in diesem Ansatz aufsummiert, um die zyklusbezogene Gesamtschädigung zu erhalten:

$$D^{\text{tot}} = D^{\text{fat}} + D^{\text{creep}} + D^{\text{ox}} + D^{\text{dsa}}. \quad (6.68)$$

Mit Hilfe von Gl. (6.66) kann der experimentell ermittelte Einfluss dynamischer Reckalterung in Abhängigkeit von Temperatur und Verformungsgeschwindigkeit modelliert werden. Dies zeigen die Verläufe der errechneten Isothermen in der Auftragung der zyklusbezogenen Schädigung D^{dsa} über der inelastischen Dehnrates für eine konstante plastische Dehnschwingbreite in **Bild 6.23**. Dabei wurden die in **Tabelle 6.8** aufgeführten Werte der Modellparameter verwendet. Das Maximum an Schädigung infolge dynamischer Reckalterung verschiebt sich mit steigender Temperatur zu höheren Dehnungsgeschwindigkeiten hin. Ausgehend von den untersuchten Temperaturen ist im experimentell abgesicherten Dehnratenbereich von 10^{-4} bis 10^{-3} s^{-1} der stärkste Einfluss der dynamischen Reckalterung bei 500°C zu erwarten. Unter der Annahme, dass in erster Linie die Elemente C und N an dem Reckalterungsprozess im Werkstoff 1.4509 beteiligt sind, liegen die identifizierten Aktivierungsenergien für das Einsetzen und für das Maximum an DSA bei höheren Werten als welche sich infolge der Diffusion sowie der Bindungskräfte zwischen (C+N)-Atomen und Versetzungen in α -Ferrit ergeben würden (vgl. Abschnitt 2.2.3.2). Dieses Ergebnis steht in guter Übereinstimmung damit, dass die Elemente C und N eine hohe Affinität zu Cr besitzen und zur Bildung von s-i-Cluster neigen, wodurch ihre Mobilität in der hochchromhaltigen Matrix stark reduziert wird.

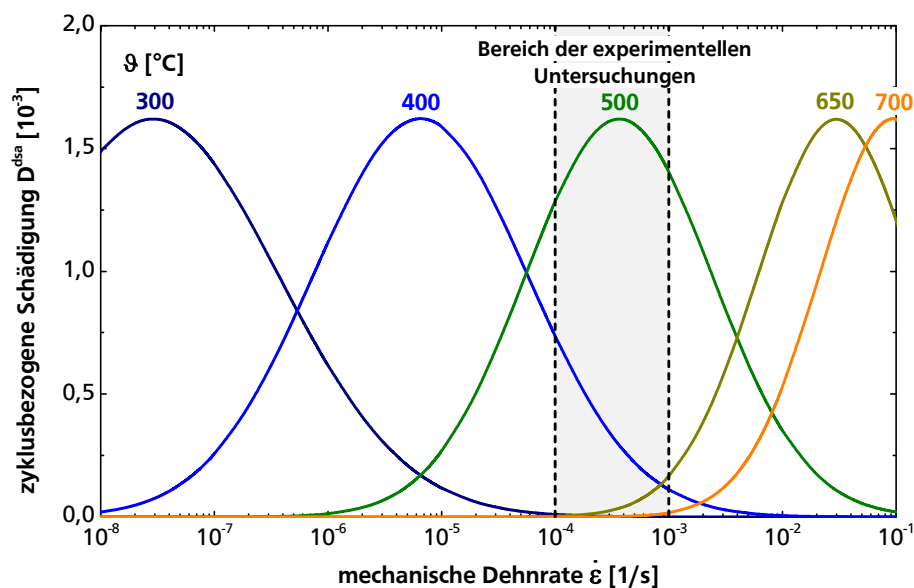


Bild 6.23: Isotherme D^{dsa} -Kurven für eine konstante plastische Dehnschwingbreite von 1 %

Tabelle 6.8: Identifizierte Parameter zur Bewertung des Einflusses dynamischer Reckalterung auf die Anrisslebensdauer gemäß Gln. (6.67) und (6.68)

Modellparameter	Beschreibung	Wert
Q_p	charakteristische Aktivierungsenergie	174 kJ/mol
Q_{on}	charakteristische Aktivierungsenergie	96 kJ/mol
Q_d	charakteristische Aktivierungsenergie	252 kJ/mol
$\dot{\epsilon}_0$	Frequenzfaktor	$2,08 \cdot 10^8 \text{ s}^{-1}$
c'	Exponent der plastischen Dehnschwingbreite	1,1
ζ^{dsa}	Energieempfindlichkeit des Reckalterungseinflusses	0,078
A'	Amplitude der Gauß'schen Normalverteilungsfunktion	$2,57 \cdot 10^{-1}$

Bild 6.24 zeigt mit Hilfe der Auftragung der Anrisswechselzahl über der Temperatur für eine konstante mechanische Dehnschwingbreite von 0,8 % einen Vergleich zwischen dem Standard-Modell nach Neu und Sehitoglu und dem um den dynamischen Reckalterungseinfluss erweiterten Modell. Letzteres ermöglicht es, das experimentell ermittelte Anrissverhalten des Werkstoffs 1.4509, welches im mittleren Temperaturbereich eine ausgeprägte Lebensdauerabsenkung im Verlauf der Anrisslebensdauer über der Temperatur zeigt, genauer abzubilden. Eine deutliche Verbesserung in der Bewertung der Anrisslebensdauer geht ebenfalls aus dem Dehnung-Wöhler-Diagramm in **Bild 6.25** hervor. Die Anrisskennlinien bei 400 und 500 °C, die mit dem Standard-Modell nahezu auf der oberen Lebensdauerergrenze liegen (vgl. Bild 6.17), liegen – in guter Übereinstimmung mit den Experimenten – bei niedrigeren N_i -Werten.

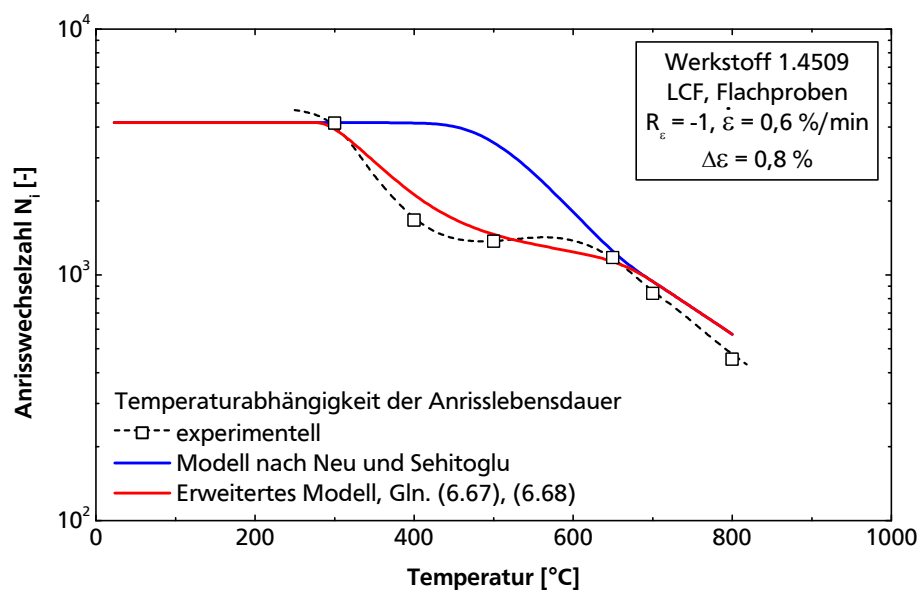


Bild 6.24: Temperaturabhängigkeit der Anrisslebensdauer für isotherme LCF-Beanspruchung an Flachproben bei einer Dehnrage von 0,6 %/min und einer Dehnschwingbreite von 0,8 %. Nachrechnung mit dem Modell nach Neu und Sehitoglu und mit dem um dynamische Reckalterung erweiterten Lebensdauermodell

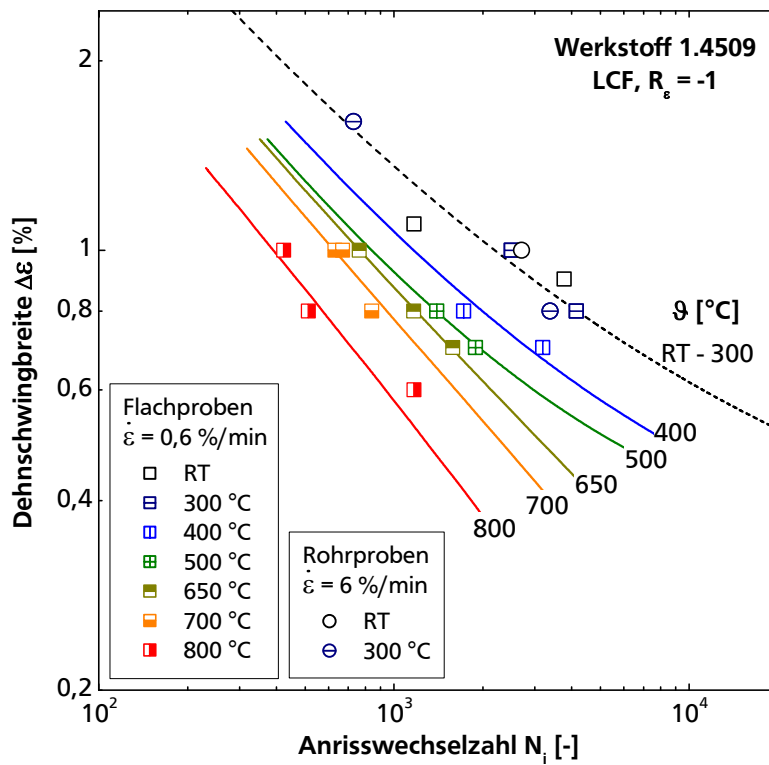


Bild 6.25: Anrisschaubild mit errechneten Werten der Anrisswechselzahl aus dem um den dynamischen Reckalterungseinfluss erweiterten Modell, Gln. (6.67) und (6.68), konstante Dehnungsgeschwindigkeit von 0,6 %/min, Temperaturbereich RT bis 800 °C

7 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die Modellierung von Verformung und Lebensdauer des ferritischen nichtrostenden Werkstoffs 1.4509 setzte die experimentelle Untersuchung der thermophysikalischen Eigenschaften, des quasistatischen Kurzzeitverhaltens, des Kriech- und Oxidationsverhaltens sowie des niederzyklischen Ermüdungsverhaltens im anwendungsrelevanten Temperaturbereich von Raumtemperatur bis etwa 900 °C voraus. Hierzu waren in erster Linie Prüftechniken zu entwickeln, die es ermöglichten, den Werkstoff in der Ausführung als Blech mit einer einsatztypischen Dicke von 2 mm experimentell zu untersuchen und somit eine verlässliche Datenbasis zu generieren. Insbesondere stellte sich die Durchführung von LCF-Versuchen an Flachproben in Gesamtdehnungsregelung mit einem Dehnungsverhältnis $R_e = -1$ als große Herausforderung dar. Um unter diesen Bedingungen das Ausknicken der dünnen Blechproben zu vermeiden, war die Entwicklung und Konstruktion eines knicksteifen, biegespannungsarmen Probeneinspannsystems und einer mechanischen Führung („Knickstütze“) erforderlich. Die entwickelte Prüftechnik ließ sich erfolgreich für die LCF-Versuche an Flachproben einsetzen. Die Ergebnisse ordnen sich auch in zufriedenstellender Weise in Versuche an einer anderen Probenform – nämlich Rohrproben – recht gut ein. Die Streuung der Versuche ist ebenso gering wie bei anderen Probenformen wie z.B. Rundproben.

Inwieweit der untersuchte Werkstoff sich in vielfach eingesetzten Schweißverbindungen in der „Form“ als Flachprobe auch experimentell unter Zug- und Druckbelastung bei elastischer und zeitabhängig-plastischer Verformung untersuchen lässt, bleibt zukünftigen Untersuchungen vorbehalten.

Das komplexe Verformungs- und Schädigungsverhalten des Werkstoffs 1.4509 unter monotoner und wechselnder mechanischer Beanspruchung charakterisiert sich durch das Auftreten zeitabhängiger Effekte im gesamten Einsatztemperaturbereich.

Bei Raumtemperatur wurde eine signifikante (positive) Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung beobachtet, die auf den Einfluss thermisch überwindbarer Hindernisse zur Versetzungsbewegung zurückzuführen ist. Dieses Verhalten ist typisch für krz-Werkstoffe und ließe sich im Rahmen der konstitutiven Werkstoffmodellierung durch eine additive Zerlegung der isotropen Festigkeit in einen thermischen und einen athermischen Anteil beschreiben.

Im mittleren Temperaturbereich von 300 bis 600 °C wird das Verformungsverhalten maßgeblich von Reckalterungsvorgängen beeinflusst. Diese führen zu einer negativen Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung und zu einem instabilen plastischen Fließen. Unter niederzyklischer Ermüdungsbeanspruchung wird in diesem Temperaturbereich eine erhöhte zyklische

Verfestigung beobachtet. Ferner lässt sich eine Verkürzung der Ermüdungslebensdauer im mittleren Temperaturbereich feststellen. Die mikromechanische Ursache ist ein sequenzieller Reckalterungsprozess bestehend aus der Diffusion von interstitiellen Elementen zu den Versetzungen und deren Blockierung und die anschließende Ausscheidung von chromreichen α'_{Cr} -Teilchen, wobei letztere nur im begrenzten Temperaturbereich der Mischungslücke im Eisen-Chrom-Zweiphasensystem (etwa 350 bis 500 °C) auftritt. Zum besseren Verständnis der zugrunde liegenden mikrostrukturellen Vorgänge im mittleren Temperaturbereich ließen sich zukünftig metallographische TEM-Untersuchungen heranziehen.

Oberhalb 600 °C zeichnet sich das zeitabhängige Verhalten des Werkstoffs 1.4509 durch die Überlagerung von kletterkontrollierten Kriechprozessen und der Entfestigung infolge einer Gefügestabilität aus. Letztere steht grundsätzlich in Zusammenhang mit der *in situ* Ausscheidung und Vergröberung einer Laves-Phase vom Typ Fe_2Nb . Die Ausscheidungen konnten an Proben aus Kriech- und Oxidationsversuchen licht- und rasterelektronenmikroskopisch identifiziert werden. In dieser Arbeit konnten tiefergehende TEM-Analysen, die zur Untersuchung des Ausscheidungsprozess in einem frühen Stadium erforderlich wären, jedoch nicht durchgeführt werden.

Auf Basis der gravimetrischen Untersuchung des Oxidationsverhaltens ließ sich zeigen, dass die Kinetik des Oxidschichtwachstums für den Werkstoff 1.4509 im Temperaturbereich von 650 bis 900 °C einem parabolischen Gesetz folgt. Inwiefern das parabolische Gesetz auch bei niedrigeren Temperaturen gilt, bei denen – nach der Theorie – eher ein logarithmisches Oxidschichtwachstumsgesetz zutrifft, wäre in zukünftigen Arbeiten zu untersuchen.

Zur Modellierung der Lebensdauer unter niederzyklischer Ermüdungsbeanspruchung wurde für den Werkstoff 1.4509 in dieser Arbeit das akkumulative Modell nach Neu und Sehitoglu eingesetzt. Berücksichtigt werden in diesem Modell vorteilhaft Schädigungsbeiträge von Ermüdungs-, Oxidations- und Kriechprozessen. Es zeigte sich, dass die rekalterungsinduzierte Lebensdauerverkürzung im Temperaturbereich zwischen 300 und 500 °C mit dem Standard-Modell nach Neu und Sehitoglu nicht richtig abgebildet werden kann. Basierend auf diesem Ergebnis wurde das Modell um eine Gleichung zur Beschreibung des Einflusses der dynamischen Reckalterung auf die Anrisslebensdauer erweitert.

Die Validierung des Lebensdauermodells erfolgte durch die Nachrechnung von In-Phase-TMF-Versuchen und lieferte akzeptable Ergebnisse. Der Fall der Out-of-Phase-TMF-Beanspruchung, bei der – gemäß der Modellvorstellung – Oxidationsprozesse am schädlichsten wirken, sollte zukünftig ebenfalls berücksichtigt werden. Im Sinne einer quantitativen Erfassung des Oxidationseinflusses sollten Ermüdungsversuche unter Schutzgas durchgeführt und mit dem Le-

bensdauermodell nachgerechnet werden. Eine systematische Analyse der Modellparameter im Hinblick auf deren Sensitivität auf das Ergebnis der Lebensdauerabschätzung bleibt zukünftigen Arbeiten vorbehalten.

Ein Vorteil der in dieser Arbeit (weiter-)entwickelten Verformungs- und Lebensdauermodelle ist die direkte Anwendung in FE-Berechnungen zur Bauteilauslegung und -optimierung. Abgaskomponenten aus ferritischen Blechwerkstoffen stellen in der Regel geschweißte Baugruppen dar, wobei Schweißnähte oftmals versagenskritische Orte darstellen. In diesem Zusammenhang besteht derzeit noch Forschungsbedarf. Ausgehend von der nun vorliegenden guten Kenntnis über den Grundwerkstoff wäre die Möglichkeit gegeben, diesen metallurgisch und geometrisch sehr anspruchsvollen Fall von Schweißverbindungen zu untersuchen.

8 Zusammenfassung

Nichtrostende Blechwerkstoffe werden in Hochtemperaturbauteilen eingesetzt, wobei sie oftmals ausgeprägten Temperaturwechseln während Anfahr- und Abstellvorgänge unterliegen. Die Behinderung von thermischen Dehnungen führt zur thermomechanischen Ermüdung und nach einer gewissen Zyklenzahl zum Versagen der Bauteile. Da das Verformungs- und Schädigungsverhalten komplex ist, sind häufig zahlreiche Bauteilversuche notwendig, um Bauteile im Hinblick auf die geforderte Qualität auszulegen. Modelle zur Lebensdauerbewertung sind notwendig, um in der industriellen Praxis die Bauteilentwicklung zu begleiten und Designvarianten zu bewerten. Die Modelle dienen dem Verständnis der lokalen Bauteilbeanspruchungen unter verschiedenen Lastfällen und helfen somit, Entwicklungskosten und -zeiten zu reduzieren und die Qualität und Zuverlässigkeit von Bauteilen zu steigern.

Ziel dieser Arbeit war die Entwicklung eines Verformungs- und Schädigungsmodells für ferritische rostfreie Blechwerkstoffe am Beispiel des Werkstoffs 1.4509 mit einer Blechdicke von 2 mm, welcher als Konstruktionswerkstoff für die thermisch höher beanspruchten Teile von Abgasanlagen im Automobilbereich eingesetzt wird. Eine wichtige Grundlage bildeten Experimente zum zeit- und zykluszahlabhängigen Verhalten. Dabei galt es aufzuzeigen, welche Mechanismen das Verformungs- und Schädigungsverhalten im anwendungsrelevanten Temperatur- und Verformungsgeschwindigkeitsbereich beeinflussen.

Die experimentellen Arbeiten beinhalteten Untersuchungen zu den Kurzzeiteigenschaften, zum zeitabhängigen Kriech- und Oxidationsverhalten, zum isothermen und – in begrenztem Umfang – anisothermen Ermüdungsverhalten sowie zum Rissfortschrittsverhalten.

Die Basischarakterisierung des Versuchswerkstoffes zeigt ein typisches ferritisches Gefüge mit Karbiden an den Korngrenzen und in den Körnern. Untersuchungen zur Homogenität des Gefügestands, der Härte und des mechanischen Kurzzeitverhaltens entlang des gesamten Blechmaterials ergaben akzeptable Ergebnisse und bestätigen, dass sich der Versuchswerkstoff in die bekannten Eigenschaften einordnen lässt.

Zugversuche wurden bei Raumtemperatur und im Temperaturbereich zwischen 300 und 900 °C mit konstanten Dehnungsgeschwindigkeiten von 0,5 %/min und 5 %/min durchgeführt und liefern Festigkeits- und Verformungskennwerte, die mit Literaturwerten gut übereinstimmen. Im Rahmen des untersuchten Temperaturbereichs wurden bei 650 °C die niedrigsten Werte der Bruchdehnung gemessen. Oberhalb dieser Temperatur ist ein deutlicher Festigkeitsabfall mit zunehmendem Bruchverformungsvermögen zu beobachten.

Kurzzeitkriechversuche und isotherme Oxidationsversuche wurden bei 650, 700, 800 und 900 °C mit längsten Laufzeiten bis etwa 1600 h durchgeführt. Auf Basis der Ergebnisse ließen sich für die Modellierung notwendigen Aktivierungsenergien für Kriechen und Oxidation bestimmen. Das Oxidschichtwachstum konnte mit einem parabolischen Gesetz gut beschrieben werden.

Für die zielsetzungsgemäße Durchführung der vorgesehenen Untersuchungen unter niederzyklischer Ermüdungsbeanspruchung war die Entwicklung einer geeigneten Prüftechnik erforderlich. Zu diesem Zweck wurde eine spezielle Prüfapparatur für Flachproben entwickelt. Damit ließen sich dehnungsgesteuerte LCF-Versuche an Flachproben mit einer bauteilnahen Dicke von 2 mm im anwendungsrelevanten Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 800 °C durchführen.

Die gewonnenen experimentellen Ergebnisse flossen in die Entwicklung und Anpassung eines vereinheitlichten konstitutiven Verformungsmodells ein. Als Grundlage wurde das Modell nach Slavik und Sehitoglu verwendet. Eine genaue Beschreibung des komplexen Verhaltens erforderte die Erweiterung des Modells um Terme, die verschiedene – für den untersuchten Werkstoff relevanten – Mechanismen der inelastischen Verformung metallischer Werkstoffe berücksichtigen. Die Erweiterung basiert auf der additiven Aufteilung der Spannung in einen thermischen bzw. thermisch aktivierbaren und einen athermischen Spannungsanteil. Der thermisch aktivierbare Spannungsanteil beschreibt den Einfluss der Gitterreibung, der bei Raumtemperatur einen nennenswerten Betrag annimmt und bei dem untersuchten ferritischen Werkstoff zu einer relativ hohen Dehnratenabhängigkeit der Spannung im unteren Temperaturbereich führt. Der athermische Spannungsanteil, welcher die langreichweitigen Hindernisse zur Versetzungsbewegung repräsentiert, wurde entsprechend der verschiedenen Mechanismen, die die Festigkeit des Materials bestimmen, weiter additiv zerlegt. Somit ließen sich Spannungsanteile unterscheiden, die durch Spannungsfelder der Versetzungen, durch stationäre Fremdatome (Mischkristall-Reibungsspannung) und durch inkohärente Phasenausscheidungen (Laves-Phase) hervorgerufen werden. Eine weitere Modellerweiterung war erforderlich, um die magnetische Umwandlung beim Überschreiten der Curie-Temperatur zu berücksichtigen, die für den Werkstoff 1.4509 einen nicht vernachlässigbaren Einfluss auf den Elastizitätsmodul und auf die Diffusionseigenschaften hat.

Die experimentelle Basis diente auch der Ermittlung rechnerischer Anteile für Ermüdungs-, Kriech- und Oxidationsschädigung an der rechnerischen Gesamtschädigung. Zur Modellierung des Schädigungsverhaltens wurde das akkumulative Modell nach Neu und Sehitoglu untersucht. Hiermit ließ sich insgesamt eine akzeptable Abschätzung der Lebensdauer erzielen. Im Temperaturbereich von RT bis 800 °C ändern sich die rechnerischen Schadensanteile für die

verschiedenen Schädigungsmechanismen signifikant. Bei Temperaturen oberhalb 650 °C ist im Bereich der untersuchten mechanischen Dehnraten Kriechen der dominierende Schädigungsmechanismus. Bei Temperaturen unterhalb 500 °C ist Ermüdung vorherrschend an der Gesamtschädigung beteiligt. Die rechnerische Oxidationsschädigung nimmt erst bei Temperaturen oberhalb 700 °C signifikante Werte an. Im mittleren Temperaturbereich (400 bis 500 °C) wurde eine Verkürzung der Lebensdauer beobachtet, die auf Reckalterungsprozesse zurückzuführen ist. Das Modell wurde um einen entsprechenden Term erweitert, wodurch eine Verbesserung bei der Lebensdauerbewertung erzielt werden konnte.

Insgesamt konnten im Rahmen dieser Arbeit ein viskoplastisches Verformungsmodell und ein Lebensdauermodell für drei typische Schädigungsmechanismen in einem weiten Temperaturbereich weiterentwickelt und hinreichend validiert werden. Davon ausgehend wurde ein nennenswerter Beitrag zur Verbesserung der Bewertung von Verformung und Lebensdauer von ferritischen nichtrostenden Blechwerkstoffen in Hochtemperatur-beanspruchten Bauteilen von Abgasanlagen erzielt. Die Modellgleichungen ermöglichen einen direkten Einsatz in Finite-Elemente-Rechnungen in der industriellen Praxis. Damit ist auch ein Beitrag zur Überprüfung der Eignung moderner ferritischer Blechwerkstoffe als Leichtbaumaterial erzielt worden.

Literaturverzeichnis

- [1] J. H. Schmitt, „Some examples of stainless steel use in the automotive industry,“ *Key Engineering Materials*, Bd. 230, pp. 17-22, 2002.
- [2] M. B. Cortie, „History and development of ferritic stainless steels,“ *Journal of the South African Institute of Mining and Metallurgy*, Bd. 93, Nr. 7, pp. 165-176, 1993.
- [3] F. Chassagne, J. Mithieux und J. Schmitt, „Stainless steels for exhaust lines,“ *Steel Research International*, Nr. 77, pp. 680-685, 2006.
- [4] L. Faivre, P. O. Santacreu und A. Acher, „A new ferritic stainless steel with improved thermo-mechanical fatigue resistance for exhaust parts,“ *Materials at High Temperatures*, Bd. 30, Nr. 1, pp. 36-42, 2013.
- [5] N. Nabiran, „Entwicklung hitzebeständiger ferritischer Stähle für Anwendungstemperaturen um 900°C,“ Dissertation, Fakultät für Maschinenbau der Ruhr-Universität Bochum, 2013.
- [6] N. Fujita, „New ferritic stainless steels in automotive exhaust system for clean environment,“ *Nippon Steel Technical Report*, Bd. 81, Nr. 0, pp. 29-33, 2000.
- [7] Y. Inoue und M. Kikuchi, „Present and future trends of stainless steel for automotive exhaust system,“ *Nippon Steel Technical Report*, Nr. 88, pp. 62-69, 2003.
- [8] L. Antoni und B. Baroux, „Cyclic oxidation behaviour of stainless steels. Application to the automotive exhaust lines,“ *Revue de Métallurgie*, Nr. 99, pp. 177-188, 2002.
- [9] P. O. Santacreu, L. Bucher, A. Koster und L. Rémy, „Thermomechanical fatigue of stainless steels for automotive exhaust systems,“ *Revue de Métallurgie*, Bd. 103, Nr. 01, pp. 37-42, 2006.
- [10] X. You, Z. Jiang und H. Li, „Ultra-Pure Ferritic Stainless Steels - Grade, Refining Operation and Application,“ in *Journal of Iron and Steel Research, International*, Bd. 14(4), 2007, pp. 24-30.
- [11] X. You, Z. Jiang und H. Li, „Pure Ferritic Stainless Steels-Grade, Refining Operation and Application,“ *Journal of Iron and Steel Research, International*, Bd. 14, Nr. 4, pp. 24-30, 2007.

- [12] W. Gordon und A. van Bennekom, „Review of stabilisation of ferritic stainless steels,“ *Materials Science and Technology*, Nr. Vol. 12, pp. 126-131, February 1996.
- [13] B. L. Bramfitt, „Structure/Property Relationships in Irons and Steels,“ in *Metals Handbook Desk Edition*, 2. Hrsg., ASM International, 1998, pp. 153-173.
- [14] J. R. Davis, *Stainless Steels*, Materials Park, Ohio: ASM International, 1994.
- [15] R. A. Lula, *Stainless steel*, Metals Park: American Society of Metals, 1986.
- [16] T. Beck, B. Kuhn, T. Eckardt und L. Singheiser, „Microstructure, Creep and Thermomechanical Fatigue of Novel Solid Solution and Laves Phase Strengthened Cr₂O₃ and Al₂O₃ Forming Ferrites for Car Engine Exhaust and Heat Exchanger Systems,“ *Transactions of the Indian Institute of Metals*, pp. 1-7, 2015.
- [17] T. Eckardt, „Mechanische Eigenschaften von Höchstleistungswerkstoffen für Hochtemperaturwärmeübertrager und Pkw-Abgasanlagen,“ Dissertation, Fakultät für Maschinenwesen der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen, 2013.
- [18] N. Fujita, K. Ohmura, M. Kikuchi, T. Suzuki, S. Funaki und I. Hiroshige, „Effect of Nb on high-temperature properties for ferritic stainless steel,“ *Scripta Materialia*, Bd. 35, Nr. 6, pp. 705-710, 1996.
- [19] N. Fujita, K. Ohmura und A. Yamamoto, „Changes in microstructures and high temperature properties during high temperature service of Niobium added ferritic stainless steels,“ in *Materials Science and Engineering A351*, Elsevier Science, 2003, pp. 272-281.
- [20] N. Nabiran, S. Weber und W. Theisen, „Influence of Laves Phase Precipitation and Coarsening on High-Temperature Strength of Ferritic Stainless Steels,“ *Steel Research International*, Bd. 83, Nr. 3, pp. 758-765, 2012.
- [21] H. Yan, H. Bi, X. Li und Z. Xu, „Microstructure and texture of Nb + Ti stabilized ferritic stainless steel,“ *Materials Characterization*, Bd. 59, Nr. 12, pp. 1741-1746, 2008.
- [22] V. Kuzucu, M. Aksoy und M. H. Korkut, „The effect of strong carbide-forming elements such as Mo, Ti, V and Nb on the microstructure of ferritic stainless steels,“ *Journal of Materials Processing Technology*, Bd. 82, Nr. 1, pp. 165-171, 1998.
- [23] F. B. Pickering, *The Metallurgical Evolution of Stainless Steels*, Ohio: American Society for Metals, 1979.

-
- [24] W. J. Quadakkers, J. Piron-Abellan, V. Shemet und L. Singheiser, „Metallic Interconnectors for Solid Oxide Fuel Cells - A Review,“ *Materials at High Temperatures*, Bd. 20, Nr. 2, pp. 115-127, 2003.
- [25] R. Bürgel und H. Maier, *Handbuch Hochtemperaturwerkstofftechnik*, Vieweg+Teubner Verlag, 2011.
- [26] C. Asensio Jimenez, „Effect of Composition, Microstructure and Component Thickness on the Oxidation Behaviour of Laves Phase Strengthened Interconnect Steel for Solid Oxide Fuel Cells (SOFC),“ Dissertation, Fakultät für Maschinenwesen der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen, 2013.
- [27] P. Huczukowski, „Effect of geometry and composition of Cr steels on oxide scale properties relevant for interconnector applications in Solid Oxide Fuel Cells (SOFCs),“ Dissertation, Fakultät für Maschinenwesen der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen, 2005.
- [28] P. Huczukowski, N. Christiansen, V. Shemet, J. Piron-Abellan, L. Singheiser und W. Quadakkers, „Oxidation Induced Lifetime Limits of Chromia Forming Ferritic Interconnector Steels,“ *Journal of Fuel Cell Science and Technology*, Bd. 1, Nr. 1, pp. 30-34, 2004.
- [29] L. Antoni, J. Mougin, A. Galerie und M. Dupeux, „Influence of Ti and Nb on the competition between oxidation kinetics and oxide adhesion on 18% Cr stainless steels,“ *4th European Stainless Steel Science and Market Congress*, 2002.
- [30] N. Nabiran, S. Klein, S. Weber und W. Theisen, „Evolution of the Laves Phase in Ferritic Heat-Resistant Steels During Long-term Annealing and its Influence on the High-Temperature Strength,“ *Metallurgical and Materials Transactions A*, Bd. 46, Nr. 1, pp. 102-114, 2015.
- [31] G. M. Sim, J. C. Ahn, S. C. Hong, K. J. Lee und K. S. Lee, „Effect of Nb precipitate coarsening on the high temperature strength in Nb containing ferritic stainless steels,“ *Materials Science and Engineering A*, Bd. 396, Nr. 1, pp. 159-165, 2005.
- [32] M. P. Sello, „The Laves phase embrittlement of ferritic stainless steel type AISI 441,“ Dissertation, Department of Materials Science and Metallurgical Engineering, University of Pretoria, Republic of South Africa, 2009.
- [33] M. P. Sello und W. E. Stumpf, „Laves phase precipitation and its transformation kinetics

- in the ferritic stainless steel type AISI 441,“ *Materials Science and Engineering A*, Nr. 528, pp. 1840-1847, 2011.
- [34] N. Fujita, H. Bhadeshia und M. Kikuchi, „Precipitation sequence in niobium-alloyed ferritic stainless steel,“ *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, Bd. 12, Nr. 2, pp. 273-284, 2004.
- [35] J. C. Ahn, G. M. Sim und K. S. Lee, „Effect of aging treatment on high temperature strength of Nb added ferritic stainless steels,“ in *Materials Science Forum*, 2005, pp. 191-194.
- [36] J. D. Redmond, P. J. Grobner und V. Biss, „Effect of Molybdenum on Creep Properties of a Ferritic 18Cr-Nb-Ti Steel for Catalytic Converters,“ *Journal of Metals*, Bd. 33, Nr. 2, pp. 19-25, 1981.
- [37] A. Malfliet, F. Mompiau, F. Chassagne, J. D. Mithieux, B. Blanpain und P. Wollants, „Precipitation in Nb-Stabilized Ferritic Stainless Steel Investigated with in-situ and ex-situ Transmission Electron Microscopy,“ *Metallurgical and Materials Transactions A*, Bd. 42, Nr. 11, pp. 3333-3343, 2011.
- [38] T. Sawatani, S. Minamino und H. Morikawa, „Effect of Laves Phase on the properties of Ti and Nb stabilized Low C, N-19% Cr-2% Mo Stainless Steel Sheets,“ *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, Bd. 22, Nr. 3, pp. 172-180, 1982.
- [39] A. N. Ladines, T. Hammerschmidt und R. Drautz, „Structural stability of Fe-based topologically close-packed phases,“ *Intermetallics*, Bd. 59, pp. 59-67, 2015.
- [40] K. I. Ikeda, N. K. G. Yamoah, W. T. Reynolds Jr, J. I. Hamada und M. Murayama, „Effect of Laves Phase on High-Temperature Deformation and Microstructure Evolution in an 18Cr-2Mo-0.5Nb Ferritic Stainless Steel,“ *Metallurgical and Materials Transactions A*, pp. 1-10, 2015.
- [41] H. Yan, H. Bi, X. Li und Z. Xu, „Precipitation and mechanical properties of Nb-modified ferritic stainless steel during isothermal aging,“ *Materials Characterization*, Bd. 60, Nr. 3, pp. 204-209, 2009.
- [42] D. Oh, K. Han, S. Hong und C. Lee, „Effects of alloying elements on the thermal fatigue properties of the ferritic stainless steel weld HAZ,“ *Procedia Engineering*, Bd. 10, pp. 383-389, 2011.
- [43] Y. Kato, M. Ito, Y. Kato und O. Furukimi, „Effect of Si on Precipitation Behavior of Nb-

- Laves Phase and Amount of Nb in Solid Solution at Elevated Temperature in High Purity 17%Cr-0.5%Nb Steels," *Materials Transactions*, Bd. 51, Nr. 9, pp. 1531-1535, 2010.
- [44] Y. Murata, M. Kamiya, T. Kunieda, A. Abdel-Daiem, T. Koyama, M. Morinaga und R. Hashizume, „Dependence of Solvus Temperature of the Laves Phase on (Mo+W+Re) Contents in High Cr Ferritic Steels," *ISIJ International*, Bd. 45, Nr. 1, pp. 101-106, 2005.
- [45] J. W. Christian, *The Theory of Transformations in Metals and Alloys*, 3. Hrsg., Oxford: Elsevier Science, 2002.
- [46] R. Radis und E. Kozeschnik, „Kinetics of AlN precipitation in microalloyed steel," *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, Bd. 18, Nr. 5, pp. 1-16, 2010.
- [47] M. P. Sello und W. E. Stumpf, „Laves phase embrittlement of the ferritic stainless steel type AISI 441," *Materials Science and Engineering A*, Bd. 527, Nr. 20, pp. 5194-5202, 2010.
- [48] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Heidelberg: Springer-Verlag, 2007.
- [49] B. Ilchner und R. Singer, *Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik: Eigenschaften, Vorgänge, Technologien*, 5. Hrsg., Springer, 2010.
- [50] A. Miyazaki, K. Takao und O. Furukimi, „Effect of Nb on the Proof Strength of Ferritic Stainless Steels at Elevated Temperatures," *ISIJ International*, Bd. 42, Nr. 8, pp. 916-920, 2002.
- [51] E. Hall und S. Algie, „The sigma phase," *Metallurgical reviews*, Bd. 11, Nr. 1, pp. 61-88, 1966.
- [52] J. K. Sahu, „Effect of 475 °C embrittlement on the fatigue behavior of a duplex stainless steel," *Dissertation, Fachbereich Maschinenbau der Universität Siegen*, 2008.
- [53] J. K. Sahu, U. Krupp, R. N. Ghosh und H. J. Christ, „Effect of 475 °C embrittlement on the mechanical properties of duplex stainless steel," *Materials Science and Engineering A*, Bd. 508, Nr. 1, pp. 1-14, 2009.
- [54] R. O. Williams, „Further studies of the iron-chromium system," *Trans. Met. Soc. AIME*, Bd. 212, pp. 497-502, 1958.

- [55] D. Chandra und L. Schwartz, „Mössbauer Effect Study of the 475°C decomposition of Fe-Cr,“ *Metallurgical Transactions*, Bd. 2, Nr. 2, pp. 511-519, 1971.
- [56] A. Hendry, Z. F. Mazur und K. H. Jack, „Influence of nitrogen on 475°C embrittlement of high-chromium ferritic steels,“ *Metal Science*, Bd. 13, Nr. 8, pp. 482-486, 1979.
- [57] P. J. Grobner, „The 885°F (475°C) Embrittlement of Ferritic Stainless Steels,“ *Metallurgical Transactions*, Bd. 4, Nr. 1, pp. 251-260, 1973.
- [58] R. M. Fisher, E. J. Dulis und K. G. Carroll, „Identification of the precipitate accompanying 885°F embrittlement in chromium steels,“ *Trans. AIME*, Bd. 197, Nr. 5, pp. 690-695, 1953.
- [59] S. Novy, P. Pareige und C. Pareige, „Atomic scale analysis and phase separation understanding in a thermally aged Fe-20 at.%Cr alloy,“ *Journal of Nuclear Materials*, Bd. 384, pp. 96-102, 2009.
- [60] T. J. Nichol, A. Datta und G. Aggen, „Embrittlement of Ferritic Stainless Steels,“ *Metallurgical Transactions A*, Bd. 11, Nr. 4, pp. 573-585, 1980.
- [61] M. J. Blackburn und J. Nutting, „Metallography of an iron-21% chromium alloy subjected to 475°C embrittlement,“ *Journal of the Iron and Steel Institute*, Nr. 202, pp. 610-613, 1964.
- [62] H. D. Solomon und L. M. Levinson, „Mössbauer effect study of '475°C embrittlement' of duplex and ferritic stainless steels,“ *Acta Metallurgica*, Bd. 23, Nr. 3, pp. 429-442, 1978.
- [63] J. E. Brown, A. Cerezo, T. J. Godfrey, M. G. Hetherington und G. D. W. Smith, „Quantitative atom probe analysis of spinodal reaction in ferrite phase of duplex stainless steel,“ *Materials Science and Technology*, Bd. 6, Nr. 3, pp. 293-300, 1990.
- [64] P. Hedström, F. Huyan, J. Zhou, S. Wessman, M. Thuvander und J. Odqvist, „The 475 °C embrittlement in Fe-20Cr and Fe-20Cr-X (X=Ni, Cu, Mn) alloys studied by mechanical testing and atom probe tomography,“ *Materials Science and Engineering A*, Nr. 574, pp. 123-129, 2013.
- [65] P. Jacobsson, Y. Bergström und B. Aronsson, „Kinetics and Hardening Mechanism of the 475°C Embrittlement in 18Cr-2Mo Ferritic Steels,“ *Metallurgical Transactions A*, Bd. 6, Nr. 8, pp. 1577-1580, 1975.
- [66] P. J. Grobner, Steigerwald und R. F., „Effect of cold work on the 885F (475)

- embrittlement of 18Cr-2Mo ferritic stainless steels," *Journal of Metals*, Bd. 29, Nr. 7, pp. 17-23, 1977.
- [67] M. Courtinall und F. B. Pickering, „The effect of alloying on 485°C embrittlement," *Metal Science*, Bd. 10, Nr. 8, pp. 273-276, 1976.
- [68] B. Trindade und R. Vilar, „Influence of nickel on 475°C embrittlement of Fe-Cr-Ni alloys: Mössbauer effect study," *Hyperfine interactions*, Bd. 66, Nr. 1-4, pp. 351-358, 1991.
- [69] C. H. Chun und D. H. Polonis, „Metallurgical Stability and the Fracture Behavior of Ferritic Stainless Steels," *Journal of Materials Engineering and Performance*, Bd. 1, Nr. 3, pp. 371-382, 1992.
- [70] W. S. Spear und D. H. Polonis, „Interstitial Precipitation in Fe-Cr-Al Alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, Bd. 25, Nr. 6, pp. 1135-1146, 1994.
- [71] I. S. Golovin, V. I. Sarraf und S. O. Suvorova, „Influence of Carbon and Nitrogen on Solid Solution Decay and "475 °C Embrittlement" of High-Chromium Ferritic Steels," *Metallurgical Transactions A*, Bd. 23, Nr. 9, pp. 2567-2579, 1992.
- [72] I. S. Golovin, „Discussion of "Interstitial Precipitation in Fe-Cr-Al Alloys"," *Metallurgical and Materials Transaction A*, Bd. 26, Nr. 5, pp. 1311-1312, 1995.
- [73] A. Plumtree und R. Gullberg, „Embrittlement of a Continuously Cooled Fe-25 Cr Alloy," *Metallurgical Transactions A*, Bd. 7, Nr. 8, pp. 1451-1458, 1976.
- [74] D. A. Terentyev, G. Bonny und L. Malerba, „Strengthening due to coherent Cr precipitates in Fe-Cr alloys: Atomistic simulations and theoretical models," *Acta Materialia*, Bd. 56, Nr. 13, pp. 3229-3235, 2008.
- [75] K. Suganuma und H. Kayano, „Irradiation hardening of Fe-Cr alloys," *Journal of Nuclear Materials*, Bd. 118, Nr. 2, pp. 234-241, 1983.
- [76] M. J. Marcinkowski, A. Szirmai und R. M. Fisher, „Effect of 500°C aging on the deformation behavior of an iron-chromium alloy," *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, Bd. 230, Nr. 4, pp. 676-689, 1964.
- [77] G. Totten, *Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies*, 2. Hrsg., Portland, Oregon: CRC Press, 2006.
- [78] T. J. Marrow, „The fracture mechanism in 475°C embrittled ferritic stainless steels,"

- Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, Bd. 19, Nr. 7, pp. 919-933, 1996.
- [79] H. J. Frost und M. F. Ashby, *Deformation Mechanism Maps: The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*, Oxford: Pergamon Press, 1982.
- [80] E. Orowan, „Problems of plastic gliding,“ *Proceedings of the Physical Society*, Bd. 52, Nr. 1, pp. 8-22, 1940.
- [81] A. S. Argon, „Internal stresses arising from the interaction of mobile dislocations,“ *Scripta metallurgica*, Bd. 4, Nr. 12, pp. 1001-1004, 1970.
- [82] U. F. Kocks, A. S. Argon und M. F. Ashby, „Thermodynamics and Kinetics of Slip,“ *Progress in Material Science*, Bd. 19, pp. 1-278, 1975.
- [83] J. Weertman und J. R. Weertman, „Mechanical Properties, Strongly Temperature Dependent,“ in *Physical Metallurgy*, R. W. Cahn, Hrsg., Amsterdam, North-Holland, 1965, pp. 793-819.
- [84] P. Spätig, G. R. Odette und G. E. Lucas, „Low temperature yield properties of two 7–9Cr ferritic/martensitic steels,“ *Journal of Nuclear Materials*, Bd. 275, Nr. 3, pp. 324-331, 1999.
- [85] H. Mughrabi, „Cyclic Slip Irreversibilities and the Evolution of Fatigue Damage,“ *Metallurgical and Materials Transactions B*, Bd. 40, Nr. 4, pp. 431-453, 2009.
- [86] K. D. Clarke, R. J. Comstock, M. C. Mataya, C. J. Van Tyne und D. K. Matlock, „Effect of Strain Rate on the Yield Stress of Ferritic Stainless Steels,“ *Metallurgical and Materials Transactions A*, Bd. 39, Nr. 4, pp. 752-762, 2008.
- [87] H. J. Frost und M. F. Ashby, „Deformation-Mechanism Maps for Pure Iron, Two Austenitic Stainless Steels, and a Low-Alloy Ferritic Steel,“ in *Fundamental Aspects of Structural Alloy Design*, Springer US, 1977, pp. 27-65.
- [88] J. Čadek und K. Milička, „The creep of alpha iron in the temperature range 220–900° C,“ *Czechoslovak Journal of Physics B*, Bd. 18, Nr. 9, pp. 1156-1171, 1968.
- [89] C. G. Lee, Y. Iijima, T. Hiratani und K. I. Hirano, „Diffusion of chromium in α -iron,“ *Materials Transactions, JIM*, Bd. 31, Nr. 4, pp. 255-261, 1990.
- [90] H. Masumoto, S. Sawaya und M. Kikuchi, „Thermal Expansion and Temperature Dependence of Young's Modulus in Fe–Cr Alloys,“ *Transactions of the Japan Institute of*

Metals, Bd. 12, Nr. 2, pp. 86-89, 1971.

- [91] G. R. Speich, A. J. Schwoeble und W. C. Leslie, „Elastic Constants of Binary Iron-Base Alloys,“ *Metallurgical Transactions*, Bd. 3, Nr. 8, pp. 2031-2037, 1972.
- [92] D. J. Dever, „Temperature dependence of the elastic constants in α -iron single crystals: relationship to spin order and diffusion anomalies,“ *Journal of Applied Physics*, Bd. 43, Nr. 8, pp. 3293-3301, 1972.
- [93] A. Wichtmann, „Entwicklung eines thermodynamisch konsistenten Stoffgesetzes zur Beschreibung der Reckalterung,“ Dissertation, Institut für Mechanik der Ruhr-Universität Bochum, 1996.
- [94] S. Cunningham, Effect of Substitutional Elements on Dynamic Strain Aging in Steel, M. University, Hrsg., Montreal: Department of Mining and Metallurgical Engineering, 1999.
- [95] G. Dieter, Mechanical Metallurgy, 3. Hrsg., McGraw-Hill, 1986.
- [96] E. Stolte und W. Heller, „Stand der Kenntnisse über die Alterung von Stählen,“ *Stahl und Eisen*, Bd. 90, Nr. 16, pp. 861-868, 1970.
- [97] J. Snoek, „Effect of small quantities of carbon and nitrogen on the elastic and plastic properties of iron,“ *Physica*, Bd. 8, Nr. 7, pp. 711-733, 1941.
- [98] A. H. Cottrell, „Effect of solute atoms on the behavior of dislocations,“ The Physical Society, London, 1948.
- [99] A. H. Cottrell und B. A. Bilby, „Dislocation theory of yielding and strain aging in iron,“ The Physical Society, 1949.
- [100] S. Harper, „Precipitation of Carbon and Nitrogen in Cold-Worked Alpha-Iron,“ in *Physical Review*, Chicago, 1951, pp. 709-712.
- [101] N. Louat, „On the theory of the Portevin-Le Chatelier effect,“ *Scripta Metallurgica*, Bd. 15, Nr. 11, pp. 1167-1170, 1981.
- [102] V. T. L. Buono, B. M. Gonzalez und M. S. Andrade, „Kinetics of strain aging in drawn pearlitic steels,“ *Metallurgical and materials transactions A*, Bd. 29, Nr. 5, pp. 1415-1423, 1998.
- [103] D. V. Wilson und B. Russel, „The contribution of atmosphere locking to the strain-aging

- of low carbon steels," *Acta Metallurgica*, Bd. 8, Nr. 1, pp. 36-45, 1960.
- [104] D. V. Wilson und B. Russel, „The contribution of precipitation to strain ageing in low carbon steels," *Acta Metallurgica*, Bd. 8, Nr. 7, pp. 468-479, 1960.
- [105] A. van den Beukel, „Theory of the Effect of Dynamic Strain Aging on Mechanical Properties," *Physica status solidi (a)*, Bd. 30, Nr. 1, pp. 197-206, 1975.
- [106] L. P. Kubin und Y. Estrin, „Dynamic strain ageing and the mechanical response of alloys," *Journal de Physique III*, Bd. 1, Nr. 6, pp. 929-943, 1991.
- [107] A. H. Cottrell, „LXXXVI. A note on the Portevin-Le Châtelier effect," *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, Bd. 44, Nr. 355, pp. 829-832, 1953.
- [108] E. Macherauch und H.-W. Zoch, *Praktikum in Werkstoffkunde*, 11. Auflage Hrsg., Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag, 2011.
- [109] P. G. McCormick, „A model for the Portevin-Le Châtelier effect in substitutional alloys," *Acta Metallurgica*, Bd. 20, Nr. 3, pp. 351-354, 1972.
- [110] P. Rodriguez, „Serrated plastic flow," *Bulletin of Materials*, Bd. 6, Nr. 4, pp. 653-663, 1984.
- [111] M. C. Chen, L. H. Chen und T. S. Lui, „Vacancy concentration in strain ageing of substitutional fcc alloys," *Journal of materials science*, Bd. 28, Nr. 12, pp. 3329-3334, 1993.
- [112] S. G. Hong und S. B. Lee, „Mechanism of dynamic strain aging and characterization of its effect on the low-cycle fatigue behavior in type 316L stainless steel," *Journal of nuclear materials*, Bd. 340, Nr. 2, pp. 307-314, 2005.
- [113] F. M. Yang, X. F. Sun, H. R. Guan und Z. Q. Hu, „Dynamic Strain Aging Behavior of K40S Alloy," *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, Bd. 16, Nr. 6, pp. 473-477, 2003.
- [114] B. K. Choudhary, V. S. Srinivasan und M. D. Mathew, „Influence of strain rate and temperature on tensile properties of 9Cr-1Mo ferritic steel," *Materials at High Temperatures*, Bd. 28, Nr. 2, pp. 155-161, 2011.
- [115] A. Gironès, L. Llanes, M. Anglada und A. Mateo, „Dynamic strain ageing effects on superduplex stainless steels at intermediate temperatures," *Materials Science and Engineering A*, Nr. 367, p. 322–328, 2004.

- [116] C. Gupta, J. K. Chakravartty, S. L. Wadekar und J. S. Dubey, „Effect of serrated flow on deformation behaviour of AISI 403 stainless steel,“ *Materials Science and Engineering A*, Nr. 292, p. 49–55, 2000.
- [117] B. M. Gonzalez, O. J. Santos, C. S. B. Castro, D. B. Santos und R. Barbosa, „High Temperature Deformation of a Structural Steel,“ *Materials Science Forum*, Bd. 558, pp. 1383-1388, 2007.
- [118] A. K. Taheri, T. M. Maccagno und J. J. Jonas, „Dynamic strain aging and the wire drawing of low carbon steel rods,“ *ISIJ international*, Bd. 35, Nr. 12, pp. 1532-1540, 1995.
- [119] W. R. Calado, O. J. dos Santos, C. S. B. Castro, R. N. Barbosa und B. M. Gonzalez, „Effect of finishing rolling temperature on fire resistance and dynamic strain aging behavior of a structural steel,“ *Journal of Materials Science*, Bd. 43, Nr. 17, pp. 6005-6011, 2008.
- [120] J. D. Atkinson und J. Yu, „The Role of Dynamic Strain-Ageing in the Environment Assisted Cracking Observed in Pressure Vessel Steels,“ *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, Bd. 20, Nr. 1, pp. 1-12, 1997.
- [121] M. Ivanchenko, „Dynamic strain aging of austenitic stainless steels and Ni-base alloys,“ Dissertation, Aalto University, Espoo, 2010.
- [122] D. A. Porter, K. E. Easterling und M. Sherif, *Phase Transformations in Metals and Alloys*, (Revised Reprint), CRC press, 2009.
- [123] R. Gullberg und A. Plumtree, „Static Strain Aging in an Fe-25 Pct Cr Alloy,“ *Metallurgical and Materials Transactions B*, Bd. 4, Nr. 5, pp. 1427-1429, 1973.
- [124] V. T. L. Buono, B. M. Gonzalez und M. S. Andrade, „Strain aging of AISI 430 ferritic stainless steel,“ *Scripta Materialia*, Bd. 38, Nr. 2, pp. 185-190, 1998.
- [125] M. Palosaari und T. Manninen, „Bake-Hardening of Stabilized Ferritic Stainless Steels,“ *Steel Research International*, pp. 951-954, 2012.
- [126] R. Kaçar und S. Gündüz, „Increasing the strength of AISI 430 ferritic stainless steel by static strain ageing,“ *Kovove Materialy*, Nr. 47, pp. 185-191, 2009.
- [127] J. L. Chaboche, „Time-independent constitutive theories for cyclic plasticity,“ *International Journal of Plasticity*, Bd. 2, Nr. 2, pp. 149-188, 1986.

- [128] J. L. Chaboche, „Constitutive Equations for Cyclic Plasticity and Cyclic Viscoplasticity,“ *International Journal of Plasticity*, Bd. 5, Nr. 3, pp. 247-302, 1989.
- [129] P. Perzyna, „Fundamental problems in viscoplasticity,“ in *Advances in applied mechanics*, Bd. 9, New York, Academic Press, 1966, pp. 243-377.
- [130] D. Peirce, C. F. Shih und A. Needleman, „A tangent modulus method for rate dependent solids,“ *Computers & Structures*, Bd. 18, Nr. 5, pp. 875-887, 1984.
- [131] L. Anand, „Constitutive Equations for Hot-Working of Metals,“ *International Journal of Plasticity*, Bd. 1, Nr. 3, pp. 213-231, 1985.
- [132] J. Olschewski, „Viskoplastische Materialmodellierung und Anwendungen im Gasturbinenbau,“ *Technische Mechanik*, Bd. 16, Nr. 1, pp. 39-50, 1996.
- [133] D. Slavik und H. Sehitoglu, „A Constitutive Model for High Temperature Loading, Part I: Experimentally Based Forms of the Equations,“ in *Thermal Stress, Material Deformation and Thermo-mechanical Fatigue*, ASME PVP 123, 1987, pp. 65-73.
- [134] D. Slavik und H. Sehitoglu, „A Constitutive Model for High Temperature Loading, Part II: Comparison of Simulations With Experiments,“ in *Thermal Stress, Material Deformation and Thermo-mechanical Fatigue*, ASME PVP 123, 1987, pp. 75-82.
- [135] D. A. Boismier und H. Sehitoglu, Thermomechanical fatigue of MAR-M247: Part 1- Experiments, *Journal of Engineering Materials and Technology* Vol.112, 1990, p. 68.
- [136] D. Slavik und T. S. Cook, „A Unified Constitutive Model for Superalloys,“ *International Journal of Plasticity*, Bd. 6, Nr. 6, pp. 651-664, 1990.
- [137] T. J. Smith, H. J. Maier, H. Sehitoglu, E. Fleury und J. Allison, „Modeling High-Temperature Stress-Strain Behavior of Cast Aluminum Alloys,“ *Metallurgical and Materials Transactions A*, Bd. 30, Nr. 1, pp. 133-146, 1999.
- [138] C. Engler-Pinto, H. Sehitoglu und H. J. Maier, „Cyclic Behavior of Al319-T7B Under Isothermal and Non-Isothermal Conditions,“ in *Thermomechanical Fatigue Behavior of Materials: 4th Volume*, Bd. ASTM STP 1428, ASTM International, 2003, pp. 45-64.
- [139] H. Sehitoglu, X. Qing, T. Smith, J. Maier und J. A. Allison, „Stress-Strain Response of a Cast 319-T6 Aluminum under Thermomechanical Loading,“ *Metallurgical and Material Transactions A*, Bd. 31, Nr. 1, pp. 139-151, 2000.
- [140] H. Sehitoglu, T. J. Smith und H. J. Maier, „Thermo-mechanical Deformation of Al319-

- T7B with Small Secondary Dendrite Arm Spacing," in *Thermo-mechanical Fatigue Behavior of Materials: 3th Volume*, ASTM STP 1371, 2000, pp. 53-68.
- [141] L. F. Serrano Dominguez, „Thermo-mechanisches Ermüdungsrisssverhalten einer grobkörnigen Nickeltgusslegierung,“ Shaker Verlag, Dissertation, Fachbereich Maschinenbau an der Technischen Universität Darmstadt, 2013.
- [142] C. Schweizer, „Physikalisch basierte Modelle für Ermüdungsrissswachstum und Anrisslebensdauer unter thermischen und mechanischen Belastungen,“ Shaker Verlag, Dissertation, Fakultät für Maschinenbau des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT), 2013.
- [143] S. S. Manson, „Behaviour of materials under conditions of thermal stress,“ NACA Report No.1170, 1954.
- [144] L. F. Coffin, „A study of the effects of cyclic thermal stresses on a ductile metal,“ *Trans. ASME*, Nr. 76, pp. 931-950, 1954.
- [145] K. N. Smith, P. Watson und T. H. Topper, „A stress-strain function for the fatigue of metals,“ *Journal of materials*, Bd. 5, pp. 767-778, 1970.
- [146] Z. Huang, Z. G. Wang, S. J. Zhu, F. H. Yuan und F. G. Wang, „Thermomechanical fatigue behaviour and life prediction of a cast nickel-based superalloy,“ *Materials Science and Engineering A*, Nr. 432, pp. 308-316, 2006.
- [147] S. Thalmair, A. Fischersworring-Bunk, F. J. Klinkenberg und K. H. Lang, „Thermomechanische Schädigung: Von der Mikrostruktur zur FE-Analyse,“ *MTZ-Motortechnische Zeitschrift*, Bd. 69, Nr. 3, pp. 206-211, 2008.
- [148] R. W. Neu und H. Sehitoglu, „Thermomechanical fatigue, oxidation and creep: Part II. Life prediction,“ *Metallurgical Transactions A*, Bd. 20, Nr. 9, pp. 1769-1783, 1989.
- [149] R. W. Neu und H. Sehitoglu, „Thermomechanical fatigue, oxidation and creep: Part I. Damage mechanisms,“ *Metallurgical Transactions A*, Bd. 20, Nr. 9, pp. 1755-1767, 1989.
- [150] H. Sehitoglu, „Thermo-Mechanical Fatigue Life Prediction Methods,“ in *Advances in Fatigue Lifetime Predictive Techniques*, Philadelphia, ASTM STP 1122, 1992, pp. 47-76.
- [151] J. L. Chaboche, „Constitutive equations in creep-fracture damage,“ in *Engineering Approaches to High Temperature Design*, Bd. 2, B. Owen und D. R. J. Wilshire, Hrsg.,

- Swansea, U.K., 1983, pp. 177-235.
- [152] C. Berger und A. Scholz, „Deformation and life assessment of high temperature materials under creep fatigue loading,“ in *Mat.-wiss. und Werkstofftech.*, 36 Hrsg., Bd. 11, 2005, pp. 722-730.
- [153] S. S. Manson, „Fatigue: A Complex Subject - Some Simple Approximations,“ in *Experimental Mechanics*, No. 7 Hrsg., Bd. 5, 1965, pp. 193-226.
- [154] J. D. Morrow, „Cyclic Plastic Strain Energy and Fatigue of Metals,“ in *Internal Friction, Damping and Cyclic Plasticity*, ASTM STP 378, 1965, pp. 45-87.
- [155] R. W. Neu, „Micro-mechanistic Life Prediction Model Suitable for Isothermal and Thermo-mechanical Fatigue,“ Dissertation, Department of Mechanical and Industrial Engineering, University of Illinois, Urbana-Champaign, 1988.
- [156] F. C. Monkman und N. J. Grant, „An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests,“ *proc. ASTM*, Bd. 56, pp. 593-620, 1956.
- [157] F. H. Norton, *The creep of steel at high temperatures*, New York: McGraham-Hill, 1929.
- [158] A. S. Argon, I. W. Chen und C. W. Lau, „Intergranular Cavitation in Creep: Theory and Experiments,“ *Creep-Fatigue-Environment Interactions*, pp. 46-85, 1980.
- [159] B. K. Min und R. Raj, „Hold-time Effects in High Temperature Fatigue,“ *Acta Metallurgica*, Bd. 26, Nr. 6, pp. 1007-1022, 1978.
- [160] S. Baik und R. Raj, „Wedge Type Creep Damage in Low Cycle Fatigue,“ *Metallurgical Transactions A*, Bd. 13, Nr. 7, pp. 1207-1214, 1982.
- [161] S. R. Bodner und Y. Partom, Constitutive Equations for Elastic-Viscoplastic Strain-Hardening Materials, *Journal of Applied Mechanics* Vol.42, No. 2, 1975, pp. 385-389.
- [162] F. Vöse, M. Becker, A. Fischerswörning-Bunk und H. P. Hackenberg, „An approach to life prediction for a nickel-base superalloy under isothermal and thermo-mechanical loading conditions,“ *International Journal of Fatigue*, Bd. 53, pp. 49-57, 2013.
- [163] M. W. Brown und K. J. Miller, „A theory for fatigue failure under multiaxial stress-strain conditions,“ *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, Bd. 187, Nr. 1, pp. 745-755, 1973.
- [164] X. Su, M. Zubeck, J. Lasecki, H. Sehitoglu, C. C. Engler-Pinto, C. Y. Tang und J. E. Allison, „Thermomechanical Fatigue Analysis of Cast Aluminum Engine Components,“

- in *Thermomechanical Fatigue Behavior of Materials: 4th Volume*, ASTM STP 1428, 2003, pp. 240-251.
- [165] H. Sehitoglu und M. Karayaka, „Prediction of Thermomechanical Fatigue Lives in Metal Matrix Composites,“ *Metallurgical Transactions A*, Bd. 23, Nr. 7, pp. 2029-2038, 1992.
- [166] W. Eichlseder, G. Winter und H. Köberl, *Material and Fatigue Life Models for Thermomechanically Loaded Aluminium Components*, Darmstadt: SoSDiD, 2008.
- [167] R. Minichmayr, M. Riedler, G. Winter, H. Leitner und W. Eichlseder, „Thermomechanical fatigue life assessment of aluminium components using the damage rate model of Sehitoglu,“ *International Journal of Fatigue*, Bd. 30, Nr. 2, pp. 298-304, 2008.
- [168] A. Birkert, S. Haage und M. Straub, *Umformtechnische Herstellung komplexer Karosserieteile: Auslegung von Ziehanlagen*, Berlin Heidelberg: Springer Vieweg, 2013.
- [169] M. Oechsner, A. Scholz, A. Cueva, F. Müller, P. von Hartrott und S. Eckmann, „Rechenmodelle zur Lebensdauervorhersage von Hochtemperaturbauteilen aus ferritischen Blechwerkstoffen,“ Abschlussbericht AiF-Forschungsvorhaben 16234, FVV-Forschungsheft 979, 2013.
- [170] A. Scholz, „Zeitstand- und Relaxationsversuch - unverzichtbar für Werkstoffentwicklung und -qualifizierung sowie zur Simulation der Bauteilbeanspruchung,“ in *DVM-Werkstoffprüfung 2008: Herausforderungen neuer Werkstoffe an die Forschung und Werkstoffprüfung*, Berlin, 2008.
- [171] *Corrosion of Metals and Alloys, Test method for Isothermal Exposure Testing under High Temperature Corrosion Conditions for Metallic Materials*, 2006.
- [172] F. A. Kandil und B. F. Dyson, „The influence of load misalignment during uniaxial low-cycle fatigue testing-I: modelling,“ *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, Bd. 16, Nr. 5, pp. 529-537, 1993.
- [173] K. F. Staerk, „High temperature axial strain-controlled LCF/TMF fatigue testing of flat-sheet specimens,“ *Fatigue & Durability Assessment of Materials, Components & Structures*, pp. 389-398, 2003.
- [174] C. Berger, E. Roos, A. Scholz, A. Klenk, J.-M. Rudnig, F. Müller und M. Speicher, *Rissverhalten von Nickelbasis-Gusslegierungen mit unterschiedlicher Kornstruktur*, Abschlussbericht zum AiF-Forschungsvorhaben Nr. 15626N IfW-MPA TUD, MPA Stuttgart, 2010.

- [175] M. Oechsner, P. Gumbsch, C. Berger, A. Scholz, F. Müller, L. Serrano, C. Schweizer, M. Schlesinger und S. Eckmann, Rissverhalten unter anisothermen Beanspruchungsbedingungen -Berechnungsverfahren für Nickelbasislegierungen, Abschlussbericht zum AiF-Forschungsvorhaben Nr.15525 IfW Darmstadt, IWM Freiburg, 2011.
- [176] M. Merkel und K.-H. Thomas, Taschenbuch der Werkstoffe (7. Auflage), München: Carl Hanser Verlag, 2008.
- [177] E. Pink und A. Grinberg, „Praktische Aspekte des Portevin-Le Châtelier-Effektes (I),“ *Aluminium*, Bd. 9, pp. 687-691, 1984.
- [178] P. Larour, „Strain rate sensitivity of automotive sheet steels: influence of plastic strain, temperature, microstructure, bake hardening and pre-strain,“ Shaker Verlag, Dissertation, Fakultät für Georessourcen und Materialtechnik der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen, 2010.
- [179] L. P. Kubin und Y. Estrin, „Evolution of dislocation densities and the critical conditions for the Portevin-Le Châtelier effect,“ *Acta Metallurgica et Materialia*, Bd. 38, Nr. 5, pp. 697-708, 1990.
- [180] J. Rösler, H. Harders und M. Bäker, Mechanisches Verhalten der Werkstoffe, Wiesbaden: Teubner-Verlag, 2006.
- [181] R. Bürgel, H. Richard und A. Riemer, Werkstoffmechanik: Bauteile sicher beurteilen und Werkstoffe richtig einsetzen, Springer-Verlag, 2014.
- [182] F. Abe, „Effect of fine precipitation and subsequent coarsening of Fe₂W Laves phase on the creep deformation behavior of tempered martensitic 9Cr-W steels,“ *Metallurgical and materials transactions A*, Bd. 36, Nr. 2, pp. 321-332, 2005.
- [183] K. Kimura, H. Kushima, F. Abe und K. Yagi, „Inherent creep strength and long term creep strength properties of ferritic steels,“ *Materials Science and Engineering A*, Bd. 234, pp. 1079-1082, 1997.
- [184] B. Kuhn, L. Niewolak, W. Quadakkers, T. Beck und L. Singheiser, „Entwicklung ferritischer Werkstoffe für die Anwendung in Hochtemperatur-Energiesystemen,“ in *Langzeitverhalten warmfester Stähle und Hochtemperaturwerkstoffe*, 32. Vortragsveranstaltung der Arbeitsgemeinschaft für warmfeste Stähle und der Arbeitsgemeinschaft für Hochtemperaturwerkstoffe, 2009.

- [185] W. Yan, W. Wang, Y. Y. Shan und K. Yang, „Microstructural stability of 9-12% Cr ferrite/martensite heat-resistant steels,“ *Frontiers of Materials Science*, Bd. 7, Nr. 1, pp. 1-27, 2013.
- [186] K. Kimura, Y. Toda, H. Kushima und K. Sawada, „Creep strength of high chromium steel with ferrite matrix,“ *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, Bd. 87, Nr. 6, pp. 282-288, 2010.
- [187] M. E. Kassner, *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys*, 2. Hrsg., Amsterdam / Oxford: Elsevier, 2009.
- [188] Y. Estrin, „Dislocation-Density-Related Constitutive Modeling,“ in *Unified Constitutive Laws of Plastic Deformation*, San Diego, Academic Press, Inc., 1996, pp. 69-106.
- [189] T. H. Courtney, *Mechanical behavior of materials*, 2. Hrsg., Waveland Press, 2005.
- [190] W. Ramberg und W. R. Osgood, „Description of stress-strain curves by three parameters,“ *NACA Technical Note No. 902*, 1943.
- [191] S. L. Mannan, „Role of dynamic strain ageing in low cycle fatigue,“ *Bulletin of Materials Science*, Bd. 16, Nr. 6, pp. 561-582, 1993.
- [192] P. Rodriguez und S. L. Mannan, „High temperature low cycle fatigue,“ *Sadhana*, Bd. 20, Nr. 1, pp. 123-164, 1995.
- [193] H. J. Christ, „Effect of environment on the thermomechanical fatigue life,“ *Materials Science and Engineering A*, Nr. 468-470, pp. 98-108, 2007.
- [194] H. Mughrabi und H. J. Christ, „Cyclic Deformation and Fatigue of Selected Ferritic and Austenitic Steels: Specific Aspects,“ *ISIJ International*, Bd. 37, Nr. 12, pp. 1154-1169, 1997.
- [195] P. Lukáš und L. Kunz, „Cyclic plasticity and substructure of metals,“ *Materials Science and Engineering: A*, Bd. 322, Nr. 1, pp. 217-227, 2002.
- [196] P. I. Williams und R. G. Faulkner, „Chemical volume diffusion coefficients for stainless steel corrosion studies,“ *Journal of materials science*, Bd. 22, Nr. 10, pp. 3537-3542, 1987.
- [197] H. Sehitoglu und D. A. Boismier, „Thermomechanical Fatigue of MAR-M247: Part 2-Life Prediction,“ *Journal of Engineering Materials and Technology*, Bd. 112, Nr. 1, pp. 80-89, 1990.

- [198] P. S. Follansbee, „Analysis of Deformation Kinetics in Seven Body-Centered-Cubic Pure Metals Using a Two-Obstacle Model,“ in *Metallurgical and Material Transactions A*, Bd. 41A, 2010, pp. 3080-3090.
- [199] Y. Estrin, „Dislocation theory based constitutive modelling: foundations and applications,“ in *Journal of Materials Processing Technology*, Elsevier Science S.A., 1998, pp. 33-39.
- [200] T. Magnin, A. Fourdeux und J. H. Driver, „Cyclic plastic deformation of bcc Fe-26Cr single crystals at room temperature,“ *Physica status solidi*, Bd. 65, Nr. 1, pp. 301-314, 1981.
- [201] M. Petrenec, J. Polák, K. Obrtlík und J. Man, „Dislocation structures in cyclically strained X10CrAl24 ferritic steel,“ *Acta materialia*, Bd. 54, Nr. 13, pp. 3429-3443, 2006.
- [202] B. Dutta, E. Palmiere und C. Sellars, „Modelling the kinetics of strain induced precipitation in Nb microalloyed steels,“ *Acta Materialia*, Bd. 49, Nr. 5, pp. 785-794, 2001.
- [203] M. Volmer und A. Weber, „Keimbildung in übersättigten Gebilden,“ *Zeitschr. f. physik. Chemie*, Bd. 119, pp. 277-301, 1926.
- [204] R. Becker und W. Döring, „Kinetische Behandlung der Keimbildung in übersättigten Dämpfen,“ Bd. 416, Nr. 8, pp. 719-752, 1935.
- [205] Y. B. Zeldovich, „On the theory of new phase formation: cavitation,“ *Acta physicochim. URSS*, Bd. 18, Nr. 1, pp. 1-22, 1943.
- [206] N. Fujita, M. Kikuchi und K. Ohmura, „Expressions for Solubility Products of Fe₃Nb₃C carbide and Fe₂Nb Laves Phase in Niobium Alloyed Ferritic Stainless Steels,“ *ISIJ International*, Bd. 43, Nr. 12, pp. 1999-2006, 2003.
- [207] B. Dutta und C. Sellars, „Effect of compositions and process variables on Nb(C, N) precipitation in niobium microalloyed austenite,“ *Materials Science and Technology*, Bd. 3, pp. 197-206, März 1987.
- [208] B. Dutta, E. Valdes und C. Sellars, „Mechanism and kinetics of strain induced precipitation of Nb(C, N) in austenite,“ *Acta metallurgica et materialia*, Bd. 40, Nr. 4, pp. 653-662, 1992.
- [209] R. Wagner, R. Kampmann und P. Voorhees, „Homogeneous Second-Phase

- Precipitation,“ in *Materials Science and Technology*, WILEY-VCH, 1991, pp. 309-407.
- [210] M. Perez und A. Dechamps, „Microscopic modelling of simultaneous two-phase precipitation: application to carbide precipitation in low-carbon steels,“ *Materials Science and Engineering A*, Bd. 360, Nr. 1, pp. 214-219, 2003.
- [211] K. C. Russel, „Nucleation in solids,“ in *Phase transformations*, American Society for Metals, 1968, pp. 219-268.
- [212] J. Fridberg, L. E. Torndahl und M. Hillert, „Difussion in iron,“ *Jernkontorets Ann*, Bd. 153, Nr. 6, pp. 263-276, 1969.
- [213] M. Perez, „Gibbs-Thomson effects in phase transformations,“ *Scripta Materialia*, Bd. 52, Nr. 8, pp. 709-712, 2005.
- [214] M. Perez, M. Dumont und D. Acevedo-Reyes, „Implementation of classical nucleation and growth theories for precipitation,“ *Acta Materialia*, Bd. 56, pp. 2119-2132, 2008.
- [215] R. C. Ropp, *Encyclopedia of the Alkaline Earth Compounds*, Newnes, 2012.
- [216] F. Kremer, G. Beddies, T. Franke, P. Galvosas und P. Rieger, *Physikalisches Praktikum*, Springer-Verlag, 2013.
- [217] Columbus Stainless (Pty) Ltd, „Standard Ferritic Stainless Steels, Technical Brochure,“ Mai 2011. [Online]. Available: <http://www.columbusstainless.co.za/>. [Zugriff am 12 August 2015].
- [218] Aperam Stainless Europe, „K41, 18% chromium, titanium and niobium stabilized,“ 2012. [Online]. Available: www.aperam.com/stainlesseurope. [Zugriff am 12 April 2015].
- [219] AK Steel Corporation, „18 Cr-Cb Stainless Steel, Product Data Bulletin,“ 2007. [Online]. Available: <http://www.aksteel.com>. [Zugriff am 19 März 2015].

Anhang A: Tabellen

Tabelle A.1: Mittels Funken-Emissions-Spektroskopie ermittelte chemische Zusammensetzung des Versuchswerkstoffes 1.4509

Element in wt.-%	Ist-Analyse Charge 851979	Ist-Analyse Charge 868919	Norm-Angaben EN 10088-3	
			Min.	Max.
C	0,03	0,029		0,03
Si	0,67	0,63		1
Mn	0,42	0,28		1
P	0,02	0,02		0,04
S	<0,01	<0,01		0,015
Cr	17,75	17,49	17,5	18,5
Mo	0,06	0,02		k.A.
Ni	0,22	0,19		k.A.
Al (ges.)	0,02	0,014		k.A.
Co	0,02	0,02		k.A.
Cu	0,1	0,1		k.A.
Nb	0,41	0,39	$3 \times C + 0,3$	1
Ti	0,14	0,13	0,1	0,6
V	0,12	0,11		k.A.
Pb	<0,01	<0,01		k.A.
W	<0,01	<0,01		k.A.
Sn	<0,01	<0,01		k.A.

Tabelle A.2: Quasistatische Kurzzeitkennwerte des Blechwerkstoffes 1.4509, ermittelt auf Basis von (Warmzug-)Versuchen an Flachproben, Temperaturbereich: RT bis 600 °C

Probe	ϑ [°C]	Serie ⁴⁾ Nr.	$\dot{\epsilon}$ ⁵⁾ [%/min]	R _{p0,2} [MPa]	R _{p0,5} [MPa]	R _{p1} [MPa]	R _m [MPa]	E [GPa]	A ₅ [%]	Z [%]
fERTz1a	RT	1	0,5/5	288	301	312	459	190	33,3 ³⁾	
fERTz1b ¹⁾	RT	1	0,5/5	286	299	313	456	219	-	-
fERTz1c ¹⁾	RT	1	0,5/5	292	304	318	459	181	-	-
fERTz1d	RT	1	0,5/5	291	303	316	466	195	33,9 ³⁾	
fERTz1e	RT	2	0,5/5	301,2	312,4	327,8	473,7	191	37,7	41
fERTz1f	RT	2	0,5/5	297,1	310,7	327,2	471,1	195	37,4	40
fERTz1g	RT	2	0,5	299,5	312,9	327,4	474,6	215	37,1	41
fERTz1h	RT	2	0,5	300,4	311,4	324,6	469,4	227	37,3	41
fERTz1i	RT	2	5	310,5	322,5	334,5	471,6	203	37,5	42
fER3z1a	300	2	0,5	226,7	244,7	259,1	423,8	175	29,1	30
fER3z1b	300	2	5	221,2	238,3	258,2	411,0	185	28,0	32
fER4z1a ¹⁾	400	1	0,5	212	229	249	390	166	-	-
fER4z1b	400	1	5	205	222	242	377	166	25,5 ³⁾	
fER4z1c	400	2	0,5	211,0	230,2	252,5	397,5	157	27,4	28
fER4z1d	400	2	5	209,2	225,9	241,8	388,6	149	27,5	31
fER5z1a	500	2	0,5	193,5	212,7	232,7	381,4	146	21,0	19
fER5z1b	500	2	5	190,0	207,7	227,8	353,5	153	23,4	24
fER6z1a	600	2	0,5	151,4	169,4	189,9	335,8	126	18,0	16
fER6z1b	600	2	5	151,7	170,5	189,9	318,6	127	20,2	41

1) Bruch außerhalb des Messbereichs, Spannungs-Dehnungsverlauf gültig bis Gleichmaßdehnung

2) Weggrenze aufgrund unerwartet großer Bruchdehnung überschritten, Probe nicht gebrochen

3) Bruchdehnung A_{50 mm}4) **Serie 1:** Flachprobe gemäß Bild 4.6a; **Serie 2:** Flachprobe gemäß Bild 4.6b5) **0,5/5:** (Warm-)Zugversuche nach DIN EN 10 002, Teil 1 (Raumtemperatur) bzw. Teil 5 (erhöhte Temperatur), mit einer Dehnrate von 0,5 %/min bis zum Überschreiten der 1%-Dehngrenze und 5 %/min bis zum Probenbruch; **0,5:** (Warm-)Zugversuche mit konstanter Dehnrate von 0,5 %/min; **5:** (Warm-)Zugversuche mit konstanter Dehnrate von 5 %/min

Tabelle A.3: Quasistatische Kurzzeitkennwerte des Blechwerkstoffes 1.4509, ermittelt auf Basis von (Warmzug-)Versuchen an Flachproben, Temperaturbereich: 650 bis 900 °C

Probe	Θ	Serie ⁴⁾	$\dot{\epsilon}$ ⁵⁾	R _{p0,2}	R _{p0,5}	R _{p1}	R _m	E	A ₅	Z
	[°C]	Nr.	[%/min]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[GPa]	[%]	[%]
fER65z1a	650	2	0,5	137,6	153,5	169,3	236,9	128	14,3	16
fER65z1b	650	2	5	136,3	152,7	168,6	247,2	128	19,9	31
fER675z1a ¹⁾	675	2	0,5	100,6	106,1	109,5	113,5	120	-	-
fER7z1a ¹⁾	700	1	0,5	87,7	90,8	93,8	97,9	126	-	-
fER7z1b ¹⁾	700	1	5	106,8	112,5	119,8	140,4	127	-	-
fER7z1c	700	2	0,5	75,3	79,8	81,8	86,1	117	82,5	80
fER7z1d	700	2	5	91,8	97,0	100,5	115,5	123	57,9	75
fER7z1q	700	2	0,5	57,6	59,8	61,9	62,6	119	76,4	72
fER7z1r	700	2	5	79,4	82,7	88	92,4	99	48,7	59
fER8z1a	800	2	0,5	30,8	32,8	32,3	33,1	92	75,1	75
fER8z1b ²⁾	800	2	5	41,1	40,4	40,5	44,4	107	-	-
fER8z1c	800	2	5	42,5	43,9	43,5	44,8	104	94,9	85
fER9z1a	900	2	0,5	17,2	17,9	18,1	18,3	71	85,7	83
fER9z1b	900	2	5	24,0	25,1	24,9	25,9	92	110	87
fER9z1c	900	2	0,5	17,7	18,4	18,6	18,7	104	95,2	80

1) Bruch außerhalb des Messbereichs, Spannungs-Dehnungsverlauf gültig bis Gleichmaßdehnung

2) Weggrenze aufgrund unerwartet großer Bruchdehnung überschritten, Probe nicht gebrochen

3) Bruchdehnung A_{50 mm}4) **Serie 1:** Flachprobe gemäß Bild 4.6a; **Serie 2:** Flachprobe gemäß Bild 4.6b5) **0,5/5:** (Warm-)Zugversuche nach DIN EN 10 002, Teil 1 (Raumtemperatur) bzw. Teil 5 (erhöhte Temperatur), mit einer Dehnrates von 0,5 %/min bis zum Überschreiten der 1%-Dehngrenze und 5 %/min bis zum Probenbruch; **0,5:** (Warm-)Zugversuche mit konstanter Dehnrates von 0,5 %/min; **5:** (Warm-)Zugversuche mit konstanter Dehnrates von 5 %/min

Anhang A: Tabellen

Tabelle A.4: Kennwerte zum Kriech- und Zeitstandverhalten des Blechwerkstoffes 1.4509, Temperaturbereich: 650 bis 900 °C

Probe	ϑ [°C]	σ_0 [MPa]	$\dot{\epsilon}_{f,min}$ [%/h]	$t_{f0,2}$ [h]	$t_{f0,5}$ [h]	t_{f1} [h]	t_u [h]	A_u [%]	Z_u [%]
fER65z7	650	190	0,11066	0,563	1,29	1,64	2,18	27,9	42
fER65z5	650	148	0,05465	2,08	3,74	4,69	6,50	29,2	41
fER65z3	650	105	0,01122	6,94	8,68	9,45	12,2	48,7	61
fER65z2	650	91,0	0,00538	10,4	11,7	12,7	16,9	55,0	67
fER65z4	650	70,0	0,00332	14,0	16,6	18,1	30,1	62,0	75
fER65z6	650	44,0	0,00306	33,0	48,8	62,1	197	61,1	75
fER65z8 ¹⁾	650	24,0	$2,95 \cdot 10^{-5}$	-	-	-	-	-	-
fER7z3 ²⁾	700	50,0	-	-	-	-	3,20	87,0	71
fER7z8	700	50,0	0,69760	0,221	0,414	0,576	2,50	77,5	75
fER7z5	700	40,0	0,19575	0,633	1,03	1,35	10,1	81,3	72
fER7z6	700	37,4	0,16048	0,776	1,26	1,80	15,5	75,4	82
fER7z7	700	32,1	0,08385	1,22	2,76	5,90	54,1	66,7	72
fER7z2 ³⁾	700	32,0	-	-	-	7,48	56,0	65,2	68
fER7z4	700	27,0	0,00917	3,44	47,7	97,8	327	52,1	68
fER8z2	800	24,0	0,12779	0,940	1,96	2,89	8,13	67,6	81
fER8z4	800	20,0	0,03668	3,84	8,28	11,8	26,9	64,3	82
fER8z3	800	17,0	0,00984	13,7	33,2	47,7	90,1	52,3	77
fER9z2	900	13,2	1,10192	0,054	0,256	0,587	4,39	102	85
fER9z3	900	10,5	0,14719	0,782	2,44	3,99	16,0	96,7	86
fER9z4 ²⁾	900	8,00	-	-	-	-	58,0	57,0	70
fER9z5	900	7,11	0,02853	5,56	14,7	24,5	101	55,5	61

1) Versuch nach Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit beendet

2) Ohne laufende Dehnungsmessung

3) Laufende Dehnungsmessung ab 1 % Kriechdehnung

Tabelle A.5: Ergebnisse der an Flachproben durchgeführten LCF-Versuche, Temperaturbereich: RT bis 800 °C

Probe	ϑ [°C]	$\Delta \epsilon$ [%]	$\dot{\epsilon}$ [%/min]	N_i [LW]	Kennwerte bei $N_i/2$					
					E [GPa]	σ_{\max} [MPa]	σ_a [MPa]	$\Delta \epsilon_e$ [%]	$\Delta \epsilon_p$ [%]	W^* [MJ/m ³]
fERRTd6 ¹⁾	RT	0,8	0,6	-	167	379,77	360,86	0,433	0,369	1,8511
fERRTd8 ¹⁾	RT	1,0	0,6	-	176	383,55	387,59	0,449	0,551	3,5915
fERRTd11 ²⁾	RT	1,1	0,6	1180	179	388,92	393,78	0,434	0,665	4,1749
fERRTd14	RT	0,9	0,6	3774	189	361,72	367,34	0,390	0,510	2,9712
fER3d1	300	0,8	0,6	4147	177	351,92	341,42	0,385	0,417	2,0418
fER3d2	300	1,0	0,6	2689	180	367,33	374,34	0,417	0,581	3,5477
fES4d1	400	0,8	0,6	1721	146	365,09	348,47	0,480	0,320	1,8488
fES4d3	400	0,7	0,6	3193	161	370,34	360,62	0,454	0,249	1,5127
fES5d1	500	0,8	0,6	1396	155	299,63	299,89	0,387	0,414	2,1699
fES5d2	500	0,7	0,6	1888	155	333,60	324,82	0,418	0,281	1,6083
fES5d3	500	0,7	6,0	1801	157	310,75	307,95	0,394	0,310	1,6033
fER65d3 ²⁾	650	0,79	0,6	1168	120	73,02	76,28	0,127	0,661	0,9076
fER65d4 ²⁾	650	1,0	0,6	767	113	58,53	61,30	0,109	0,890	0,9607
fER65d5	650	1,0	0,6	827	122	60,45	64,60	0,106	0,895	1,0485
fES65d8 ²⁾	650	0,7	0,6	1583	110	61,01	64,51	0,118	0,585	0,6966
fES65d9 ²⁾	650	0,5	6,0	3466	123	102,95	107,78	0,175	0,331	0,6549
fES7d1	700	0,8	0,6	841	106	42,23	45,19	0,086	0,716	0,5804
fES7d2 ²⁾	700	1,0	0,6	577	107	44,41	47,90	0,090	0,909	0,7907
fES7d3	700	1,0	0,6	671	101	44,04	47,63	0,095	0,906	0,7849
fER8d1	800	0,8	0,6	513	91	23,87	26,12	0,058	0,743	0,3379
fER8d2 ²⁾	800	1,0	0,6	423	94	25,26	28,16	0,060	0,940	0,4637
fER8d4	800	0,6	0,6	1172	102	27,95	29,86	0,058	0,542	0,2914

1) Anrisswechselzahl ungültig

2) Anriss außerhalb des Messbereichs bzw. am Aufsetzpunkt des Extensometers

Tabelle A.6: Ergebnisse der an Rohrproben durchgeführten LCF-Versuche, Temperaturbereich: RT bis 600 °C

Probe	ϑ [°C]	$\Delta\epsilon$ [%]	$\dot{\epsilon}$ [%/min]	N_i [LW]	Kennwerte bei $N_i/2$					
					E [GPa]	σ_{\max} [MPa]	σ_a [MPa]	$\Delta\epsilon_e$ [%]	$\Delta\epsilon_p$ [%]	W^* [MJ/m ³]
VT1RTd15 ¹⁾	RT	1,0	6,0	2786	167	395,82	397,44	0,456	0,554	3,5293
VT1RTd17 ^{1) 2)}	RT	2,0	6,0	189	179	439,68	444,68	0,430	1,594	12,8627
VT1RTd47 ²⁾	RT	0,8	6,0	810	189	376,86	375,43	0,425	0,383	2,3859
VT1RTd48 ²⁾	RT	0,8	6,0	535	177	401,64	403,33	0,392	0,416	2,8865
VT13d2 ¹⁾	300	0,8	6,0	3376	180	338,10	338,99	0,382	0,431	2,3923
VT13d42 ²⁾	300	1,6	6,0	186	211	407,49	409,91	0,379	1,286	9,3801
VT13d45	300	1,6	6,0	729	184	406,39	410,08	0,444	1,185	8,3329
VT14d51	400	0,8	6,0	1223	199	388,49	392,51	0,392	0,419	2,8396
VT14d3 ^{1) 2)}	400	1,0	6,0	1080	168	383,59	386,21	0,451	0,565	3,6879
VT14d63	400	0,6	6,0	6629	152	366,75	355,71	0,485	0,132	0,7217
VT14d19 ^{1) 2)}	400	1,0	6,0	1166	176	394,11	396,83	0,453	0,565	3,8238
VT15d4 ^{1) 2)}	500	0,8	6,0	626	170	357,45	360,32	0,415	0,399	2,4733
VT15d20 ¹⁾	500	0,8	6,0	603	162	317,62	319,81	0,390	0,426	2,3415
VT15d65 ²⁾	500	0,6	6,0	2257	155	329,32	334,21	0,439	0,179	0,9883
VT15d66 ⁴⁾	500	0,4	6,0	>75000	136	260,44	266,05	0,415	0,010	0,0383
VT16d5 ¹⁾	600	0,8	6,0	291	153	256,94	259,63	0,336	0,477	2,2382
VT16dh70 ^{2) 3)}	600	0,6	6,0	686	103	192,70	188,44	0,285	0,328	0,8410

1) CLCF-Versuch (ca. 10 Zyklen mit unterschiedlichen Dehnraten und Haltezeiten vor Versuchsbeginn)
 2) Anriss an Schweißnaht
 3) Druckhaltezeit: 30 s
 4) Durchläufer

Tabelle A.7: Ergebnisse der an Rohrproben durchgeführten LCF-Versuche, Temperaturbereich: 650 bis 900 °C

Probe	ϑ [°C]	$\Delta\epsilon$ [%]	$\dot{\epsilon}$ [%/min]	N_i [LW]	Kennwerte bei $N_i/2$					
					E [GPa]	σ_{\max} [MPa]	σ_a [MPa]	$\Delta\epsilon_e$ [%]	$\Delta\epsilon_p$ [%]	W^* [MJ/m ³]
VT165d62 ¹⁾	650	0,6	6,0	608	121	143,45	146,72	0,218	0,400	1,0173
VT165d44 ²⁾	650	1,0	6,0	357	111	131,02	131,36	0,215	0,815	1,9360
VT165d43 ²⁾	650	1,0	6,0	335	135	142,20	143,22	0,190	0,838	2,2023
VT165dh71 ³⁾	650	0,6	6,0	498	89	122,75	118,03	0,231	0,391	0,7200
VT17d74 ²⁾	700	0,4	0,6	2335	169	58,00	58,84	0,070	0,340	0,3591
VT17d57	700	0,4	6,0	9114	116	70,52	70,82	0,106	0,308	0,3912
VT17d56	700	0,6	6,0	991	109	84,89	85,35	0,140	0,474	0,7254
VT17dh72 ³⁾	700	0,6	6,0	1716	78	70,06	69,12	0,131	0,492	0,5673
VT17d11 ¹⁾	700	0,8	6,0	464	157	82,26	80,36	0,058	0,754	1,0869
VT18d14 ¹⁾	800	0,6	6,0	699	146	51,26	50,57	0,066	0,545	0,5109
VT19d54 ²⁾	900	0,4	6,0	5185	73	24,14	23,16	0,043	0,369	0,1543
1) CLCF-Versuch (ca. 10 Zyklen mit unterschiedlichen Dehnraten und Haltezeiten vor Versuchsbeginn)										
2) Anriss an Schweißnaht										
3) Druckhaltezeit: 30 s										

Tabelle A.8: Ramberg-Osgood-Parameter für die Beschreibung der zyklischen Fließkurve bei halber Anrisswechselzahl, LCF-Versuche an Flachproben, Dehnrate: 0,6 %/min

Temperatur [°C]	$E^{1)}$ [GPa]	n' [-]	K' [MPa]	$\sigma_{cy}^{2)}$ [MPa]
RT	199	0,1078	712	264
300	183	0,1012	669	263
400	175	0,0937	641	270
500	160	0,0743	503	254
650	129	0,0545	92,7	56,1
700	123	0,0477	61,8	39,9
800	110	0,0380	35,4	24,9

1) Elastizitätsmodul errechnet nach Gl. (6.1)

2) Zyklische Ersatzfließgrenze bei einem inelastischen Dehnungsoffset ε_{off}^{in} von 0,01 %**Tabelle A.9: Ramberg-Osgood-Parameter für die Beschreibung der zyklischen Fließkurve bei halber Anrisswechselzahl, LCF-Versuche an Rohrproben, Dehnrate: 6 %/min**

Temperatur [°C]	$E^{1)}$ [GPa]	n' [-]	K' [MPa]	$\sigma_{cy}^{2)}$ [MPa]
RT	199	0,1163	788	270
300	183	0,1042	680	260
400	175	0,0893	660	290
500	160	0,0800	560	268
600	138	0,0575	372	219
650	129	0,0538	193	117
700	123	0,0489	106	67,5
800	110	0,0384	63,3	44,4
900	97,4	0,0350	29,0	21,0

1) Elastizitätsmodul errechnet nach Gl. (6.1)

2) Zyklische Ersatzfließgrenze bei einem inelastischen Dehnungsoffset ε_{off}^{in} von 0,01 %

Anhang B: Berechnung von molekularen Volumina

Laves-Phase Fe₂Nb (Index ω)

Das **Volumen der Elementarzelle**, V_{cell} , errechnet sich anhand der Gram'schen Determinante

$$V_{\text{cell}}^2 = a_1^2 \cdot a_2^2 \cdot a_3^2 \begin{vmatrix} 1 & \cos \alpha_3 & \cos \alpha_2 \\ \cos \alpha_3 & 1 & \cos \alpha_1 \\ \cos \alpha_2 & \cos \alpha_1 & 1 \end{vmatrix}. \quad (\text{B.1})$$

Bei der hexagonalen Gitterstruktur der Laves-Phase vom Typ C14 gilt für die Parameter $a_1 = a_2$, $\alpha_1 = \alpha_2 = 90^\circ$, und $\alpha_3 = 120^\circ$ [215]. Daraus folgt

$$V_{\text{cell}}^2 = 0,75 \cdot a_1^4 \cdot a_3^2. \quad (\text{B.2})$$

Mit $a_1 = a_2 = 4,83 \cdot 10^{-10}$ m und $a_3 = 7,88 \cdot 10^{-10}$ m berechnet sich das Volumen der Elementarzelle zu $V_{\text{cell}}^\omega = 1,592 (029499) \cdot 10^{-28}$ m³.

Die **molare Masse** der Laves-Phase Fe₂Nb folgt aus

$$M_{\text{Fe}_2\text{Nb}} = 2 \cdot M_{\text{Fe}} + M_{\text{Nb}}. \quad (\text{B.3})$$

Mit $M_{\text{Fe}} = 55,845$ g/mol und $M_{\text{Nb}} = 92,90638$ g/mol errechnet sich ein Wert von $M_{\text{Fe}_2\text{Nb}} = 204,5964$ g/mol.

Die **Dichte** lässt sich mit Hilfe der Beziehung

$$\rho = \frac{Z \cdot M}{V_{\text{cell}} \cdot N_A} \quad (\text{B.4})$$

bestimmen [216]. Dabei ist Z die Anzahl der Formeleinheiten pro Einheitszelle ($Z = 4$ für die Laves-Phase vom Typ C14 [215]) und N_A die Avogadro-Konstante. Es lässt sich somit eine Dichte $\rho_\omega = 8536,029902$ kg/m³ bestimmen.

Das **Molvolumen** lässt sich anhand der Beziehung

$$V_m = \frac{M}{\rho} \quad (\text{B.5})$$

ermitteln. Für die Laves-Phase Fe₂Nb ergibt sich $V_m^\omega = 2,396 (856646) \cdot 10^{-5}$ m³/mol.

Das **molekulare Volumen** folgt aus

$$V_{\text{at}} = \frac{V_m}{N_A}. \quad (\text{B.6})$$

Somit lässt sich ein Wert $v_{\text{at}}^\omega = 3,980 (073747) \cdot 10^{-29}$ m³ errechnen.

Ferritische Matrix (Index α)

Für den Parameter a_0 des kubisch-raumzentrierten Gitters der α -Phase wurde in Anlehnung an [210] der Wert $2,87 \cdot 10^{-10}$ m eingesetzt, womit sich das **Volumen der Einheitszelle** gemäß der Beziehung

$$V_{\text{cell}} = a^3 \quad (\text{B.7})$$

zu $V_{\text{cell}}^\alpha = 2,364 \cdot 10^{-29} \text{ m}^3$ ergibt.

Unter Annahme eines idealen Stoffgemisches folgt die **mittlere Molmasse** aus

$$\bar{M} = x_{\text{Fe}} \cdot M_{\text{Fe}} + x_{\text{Cr}} \cdot M_{\text{Cr}} \quad (\text{B.8})$$

Die Stoffmengenanteile x_{Fe} und x_{Cr} lassen sich unter Einbeziehung der Massenanteile w_{Fe} und w_{Cr} sowie der molaren Massen $M_{\text{Fe}} = 55,845 \text{ g/mol}$ und $M_{\text{Cr}} = 51,9961 \text{ g/mol}$ aus

$$x_{\text{Fe}} = \frac{\frac{w_{\text{Fe}}}{M_{\text{Fe}}}}{\frac{w_{\text{Fe}}}{M_{\text{Fe}}} + \frac{w_{\text{Cr}}}{M_{\text{Cr}}}} \quad (\text{B.9})$$

und

$$x_{\text{Cr}} = \frac{\frac{w_{\text{Cr}}}{M_{\text{Cr}}}}{\frac{w_{\text{Fe}}}{M_{\text{Fe}}} + \frac{w_{\text{Cr}}}{M_{\text{Cr}}}} \quad (\text{B.10})$$

bestimmen. Einsetzen von Gln. (B.9) und (B.10) in Gl. (B.8) ergibt

$$\bar{M} = \frac{1}{\frac{w_{\text{Fe}}}{M_{\text{Fe}}} + \frac{w_{\text{Cr}}}{M_{\text{Cr}}}} \quad (\text{B.11})$$

Für die Massenanteile lassen sich näherungsweise die mittels FES-Analyse gemessenen (mittleren) Werte $w_{\text{Cr}} \approx 0,176$ und $w_{\text{Fe}} \approx 0,824$ (siehe Tabelle A.1) einsetzen. Somit ergibt sich eine mittlere Molmasse der ferritischen Matrix von $\bar{M} = 55,1268$ (0668) g/mol.

Die **Dichte** ergibt sich aus Gl. (B.4) zu $\rho_\alpha = 7744,550226 \text{ kg/m}^3$. Dabei wurde die Anzahl der Formeleinheiten pro Einheitszelle Z gleich 2 gesetzt.

Das **Molvolumen** der Matrix ergibt sich aus Gl. (B.5) zu $V_{\text{m}}^\alpha = 7,118$ (1417) $\cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol}$. Für das **molekulare Volumen** errechnet sich aus Gl. (B.6) ein Wert $v_{\text{at}}^\alpha = 1,181$ (99515) $\cdot 10^{-29} \text{ m}^3$.